

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

238912

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 16 05 83

/21/ PV 3401-83

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 251/50

(40) Zverejnené 16 04 85

(45) Vydané 16 03 87

(75)
Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., HUSÁR ŠTEFAN, dipl. technik,
FANČOVIČ KAROL ing. CSc., ŽELJAZKOV VLADIMÍR ing., VLACHYNSKÝ IVAN,
BRATISLAVA

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

Vynález rieši prípravu 2-izopropylamíno-4-etylamíno-6-chlór-s-triazínu reakciou vodných roztokov etylamínu, izopropylamínu, hydroxidu sodného s kyanurchloridom v prostredí vodnerozpustného rozpúšťadla, ktoré sa po reakcii oddestiluje od reakčnej zmesi s vodnou parou.

Pri príprave vodných roztokov etylamínu, izopropylamínu, hydroxidu sodného sa použije voda vznikajúca pri oddestilovaní vodnerozpustného rozpúšťadla od reakčnej zmesi s vodnou parou, pričom po kondenzácii vodnej pary pár rozpúšťadla sa voda vodnerozpustného rozpúšťadla oddelí.

Získaná voda, ktorá sa použije pri riedení amínov neobsahuje vápenaté a hořčnaté soli, ktoré by vypadávali pri riedení použitých amínov a hydroxidu sodného vo forme zrazeniny.

Vynález sa týka spôsobu prípravy 2-izopropylamino-4-etylamo-6-chlór-s-triazínu reakciou kyanúrchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, propylamínu a hydroxidu sodného, v prostredí organického rozpúšťadla nemiesiteľného s vodou.

Deriváty triazínov sa veľmi často používajú v poľnohospodárskej výrobe ako prostriedky na ochranu rastlín, predovšetkým ako herbicídy. Najznámejší z nich je 2-izopropylamino-4-etylamo-6-chlór-s-triazín, známy pod triviálnym názvom atrazín.

Vyrába sa najčastejšie z kyanúrchloridu kondenzáciou s izopropylamínom, etylamínom v prítomnosti chlorovodíka viažuceho činidla, v prostredí aromatického rozpúšťadla. Ako rozpúšťadlo sa používajú alkoholy predovšetkým etanol, izopropanol, metanol, ketóny ako acetón, metyletylketón, cyklohexanon, alifatické uhľovodíky ako petroléter, kerozín, aromatické uhľovodíky ako benzén, toluén, xylén, tetrahydronaftalén, chlorované uhľovodíky ako etylén-chlorid, tetrachlórretán, chlórbenzén, estery ako etylacetát, rôzne minerálne a rastlinné oleje, alebo zmesi uvedených látok.

Ako reakčné prostredie je možné tiež použiť vodu alebo vodu s ľadom, pričom reakcia prebieha v suspenzii. V USA pat. č. 3 681 337 sa kondenzácia atrazínu robí pri pH 11 až 12,5 a najprv sa dávkuje izopropylamín a po ňom sa dávkuje etylamín.

V USA pat. č. 3 681 335 sa kondenzácia izopropylamínu s kyanúrchloridom robí pri hodnote pH 11, až 12,5 a druhý krok kondenzácia etylamínu s 2-izopropyl-4,6-dichlór-s-triazínom sa robí pri hodnote pH 5 až 9, pričom na úpravu hodnoty pH sa použije minerálna kyselina, s výhodou kyselina sírová.

V USA pat. č. 4 045 739 sa používa ako rozpúšťadlo zmes aromatických uhľovodíkov a ketónov. V USA pat. č. 4 182 875 sa popisuje kondenzácia vo vodoorganickom rozpúšťadle, pri tlaku nižšom ako 54 kPa, teplote 55 °C, v prítomnosti inertného plynu.

Nepretržitú prípravu atrazínu v trubkovom reaktore, pričom v prvej časti reaguje kyanúrchlorid s izopropylamínom v prítomnosti hydroxidu alkalického kovu a organického rozpúšťadla a v druhom časti reaktoru sa k reakčnej zmesi pridáva etylamín, popisuje franc. pat. č. 2 396 754.

V EP č. 3 374 sa používa ako rozpúšťadlo zmes acetónu a vody, pričom mólový pomer kyanúrchloridu ku izopropylamínu je najmenej 1,04:1. V DT č. 2 756 865 sa popisuje kondenzácia bez prítomnosti alkalického hydroxidu, pričom chlorovodík viažuce činidlo sú amíny a vzniklé amínohydrochloridy sa extrahujú glykolom, glycerínom alebo polyetylénoglykolom.

Adiabatická kondenzácia v prostredí toluénu je popísaná v V. Brit. pat. č. 2 058 044 V ZSSR AO č. 348 003 sa používa ako rozpúšťadlo zmes vody a alifatického ketónu s teplotou varu 50 až 100 °C, s výhodou metyletylketónu.

S vodou nemiešateľné rozpúšťadlá sa z reakčnej zmesi s výhodou oddestilujú vodnou parou. Reakčné zložky etylamín, izopropylamín a hydroxid sodný sa najčastejšie aplikujú vo forme vodných roztokov, pripravených zriedením vodou, pričom dochádza k vyzrážaniu solí, zapríčiňujúcich tvrdosť vody, vo forme jemnej, ťažko filtrovateľnej zrazeniny.

Najčastejšie sa tieto oddelujú sedimentáciou a odkalením zásobných nádrží spolu s časťou reakčných komponentov. Pri oddestilovaní rozpúšťadla vodnou parou vznikajú v predlohe dve vrstvy, rozpúšťadlová, ktorá je použiteľná bez ďalšej úpravy v nasledujúcej várke prípravy produktu a vodná, ktorá sa oddelí a kanalizuje. Vodná vrstva neobsahuje minerálne látky a je nasýtená rozpúšťadlom a obsahuje aj použité amíny.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené vynálezom, podľa ktorého sa 2-izopropylamino-4-etylamo-6-chlór-s-triazín pripravuje reakciou kyanúrchloridu s vodnými roztokmi etyl-

amínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného v prostredí organického rozpúšťadla nemiešateľného s vodou, následne oddestilovaného s vodnou parou, pričom sa oddelená vodná fáza použije na prípravu východných vodných roztokov reakčných komponentov.

Postupom podľa vynálezu sa dosiahne pri výrobe 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazínu lepšieho využitia surovín etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného, zamedzí sa tvorba zrazenín pri príprave ich vodných roztokov a využije sa azeotropicky vydestilovaná voda po oddelení organického rozpúšťadla.

Zníži sa množstvo odpadnej vody, čo má priaznivý dopad na životné prostredie.

P r í k l a d 1

V banke za miešania reaguje pri teplote 20 °C 3 500 ml chlórbenzénu a 500 g kyanúrchloridu, postupne sa pridá 800 g vodného roztoku izopropylamínu o koncentrácii 20,1 % hmot. 2 160 g vodného roztoku hydroxidu sodného o koncentrácii 9,9 % hmot. a 303 g vodného roztoku etylamínu o koncentrácii 40,1 % hmot.

Zmes sa mieša ešte hodinu a pol a pri danej teplote. Chlórbenzén sa oddestiluje vodnou parou, pričom sa získa 3 580 g chlórbenzénu a 6 240 g vodného kondenzátu. 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín sa odfiltruje a premyje vodou.

Po vysušení sa získa 564 g produktu o čistote 91,6 % hmot.

Vodné roztoky boli pripravené riedením s priemyselnou vodou, vodný roztok hydroxidu sodného zo 40 % vodného roztoku hydroxidu sodného, po sedimentácii bol filtrovaný cez fritu S₄, etylamín z 80 %-ného vodného roztoku a izopropylamín z 80 %, pričom oba boli tiež filtrované cez fritu S₄.

Voda po oddestilovaní chlórbenzénu obsahuje 0,32 % hmot. amínov, prepočítané na etylamín.

P r í k l a d 2

Ako v príklade 1 s tým rozdielom, že pre prípravu vodných roztokov bola použitá voda oddelená v pokuse 1. Roztoky nebolo potrebné filtrovať, nevznikla zrazenina. Získalo sa 574 g produktu o čistote 91,8 %.

P r í k l a d 3

Ako v príklade 2 s tým rozdielom, že bol ako rozpúšťadlo použitý toluén. Získalo sa 581 g produktu o čistote 92,6 % hmot.

Vynález je možné použiť pri priemyselnej príprave 2-izopropylamíno-4-etylami-6-s-triazínu, pričom sa lepšie využije rozpúšťadlo a vo vode rozpustné reakčné komponenty. Podstatne sa zníži množstvo odpadných vôd, ktoré podľa pôvodného postupu obsahovali cca 500 mg/l chlórbenzénu a amínov.

Získaný 2-izopropylamíno-4-etylami-6-chlór-s-triazín neobsahuje nerozpustné uhličitany CaCO₃, alebo hydroxidy Mg(OH)₂, ktoré produkt vyrábaný doterajším spôsobom znečisťovali.

P R E D M E T V Y N Ā L E Z U

Spôsob prípravy 2-izopropylamíno-4-etylamióno-6-chlórs-triazínu reakciou kyanúrchloridu s vodnými roztokmi etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného v prostredí organického rozpúšťadla nemiesiteľného s vodou, následne oddestilovaného s vodnou parou, vyznačujúci sa tým, že oddelená vodná fáza sa použije na prípravu vodných roztokov etylamínu, izopropylamínu a hydroxidu sodného.