

ANTISZOLVENS RESZOLVÁLÁSI TECHNOLÓGIÁK MÓDSZERFEJLESZTÉSE

Bánsághi Gy.¹, Székely E.¹, Szilágyi I. M.², Madarász J.², Zsemberi M.¹, Simándi B.¹

¹ *Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Kémiai és Környezeti Folyamatmérnöki Tanszék*

² *Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Szervetlen és Analitikai Kémia Tanszék*

Az optikailag aktív vegyületek előállítása a modern vegyészmérnöki gyakorlatban kiemelt jelentőséggel bír. A felhasznált királis vegyületek nagy száma, valamint a szükséges termelési kapacitás mértéke megköveteli, hogy a szintézisek ne csak gazdaságossági, de környezetvédelmi szempontból is kedvezőek legyenek.

Kutatásunk során a szuperkritikus szén-dioxid (scCO₂) antiszolvensként történő alkalmazhatóságát vizsgáltuk enantiomer-elválasztási műveletekben. Noha az antiszolvens technológiákat, ideértve az scCO₂-t is, széles körben alkalmazzák kristályosítási és formulázási eljárásokban [1], ezen módszerek alkalmazása rezolválásokra kevésbé kutatott terület.

Munkánk során az ibuprofén és a *cis*-permetrinsav modellvegyületek rezolválásával foglalkoztunk, a módosított Pope–Peachy módszernek megfelelően félekvivalens mennyiségben adagolt rezolválószerrel végzett diasztereomersó-kristályosítással. Először a szakaszos gáz antiszolvens (GAS) eljárást vizsgáltuk, mely során a racém vegyület és rezolválószer szerves oldatát egy nagynyomású reaktorban scCO₂-vel nyomás alá helyeztük, majd az így keletkező oldószerelegyből kivált diasztereomersók mellől az elreagálatlan enantiomereket scCO₂ átáramoltatásával oldottuk ki. Ez a módszer jó termeléssel nagy optikai tisztaságú (>80% de) diasztereomereket szolgáltatott.

A rezolválásokat átültettük a félfolyamatos szuperkritikus antiszolvens (SAS) eljárásra, mely a készülék megvalósításából kifolyólag kb. tízszeres méretnövelést is jelentett. Ebben az eljárásban egy scCO₂ árammal nyomás alatt tartott edénybe injektáltuk a racém vegyület és rezolválószer szerves oldatát. Az injektálást automatizáltuk, az adagoló HPLC szivattyú és az oldat tömegét regisztráló mérleg összehangolásával, a hardveres csatlakozások kiépítését és a vezérlőszoftvert saját magunk terveztük és valósítottuk meg. A SAS módszer a GAS eljárással összevethető eredményeket produkált. A SAS eljárás termékét GAS rezolválásnak alávétve két lépésben racém enantiomerkeveréket és 90% de tisztaságú diasztereomert lehetett előállítani.

Elektronmikroszkópos vizsgálatokkal különleges, szálas diasztereomer szerkezetet derítettünk fel. A szálak átlagos átmérője 400–1000 nm, hosszuk több tíz µm.

Munkánkat támogatta az OTKA (K108979) és a Richter Gedeon Nyrt. a Richter Gedeon PhD Ösztöndíjon keresztül. Székely E. és Szilágyi I. M. köszönik az MTA Bolyai János kutatási ösztöndíj támogatását.

Hivatkozások:

[1] Jung J., Perrut M.: *J. Supercrit. Fluids*, **20** (3) 179–219 (2001)