N-METIL-AMFETAMIN RESZOLVÁLÁSA BORKŐSAV SZÁRMAZÉKOKKAL SZUPERKRITIKUS EXTRAKCIÓ ALKALMAZÁSÁVAL

Kmecz I.[1], Simándi B.[1], Székely E.[1], Fogassy E.[2]

[1] *BME Kémiai és Környezeti Folyamatmérnöki Tanszék, Budapest*
[2] *BME Szerves Kémia és Technológia Tanszék, Budapest*

Munkánk célja a racém N-metil-amfetamin (rac-MA) reszolválhatóságának vizsgálata volt szuperkritikus extrakció alkalmazásával. Az eljárás során reszolválószerként borkősavat (BS), és annak származékait (2*R*,3*R*)-O,O'-dibenzoil-borkősavat (DBBS) és (2*R*,3*R*)-O,O'-di-p-toluil-borkősavat (DPTBS) használtunk. Az enantiomerek elválasztása minden esetben részleges diasztereomer sóképzésen, majd azt követően a szabadon maradó enantiomerek szuperkritikus állapotú szén-dioxidos extrakcióval történő kinyerésén alapult.

A munka első fázisában a rac-MA reszolválhatóságát az egyedi reszolválószerek alkalmazása mellett vizsgáltuk. A BS esetén nem tapasztaltunk hatékony enantiomer elválasztást, az enantiomer tisztaság 5 % alatt maradt. Ezzel szemben a vizsgált borkősav származékokkal hatékony elválasztást értünk el. Az eljárás optimalizálása érdekében mindkét borkősav származékkal végzett elválasztás esetén vizsgáltuk a reszolválószer mólarányának (mr=mol reszolválószer/mol racém vegyület), valamint az extrakciós nyomás és hőmérséklet hatását az extraktumok (E) és a raffinátumok (R) enantiomer tisztaságára (ee) és termelésére (Y), valamint az elválasztás hatékonyságára ($F = ee_E \times Y_E + ee_R \times Y_R$, értéke 0-1 között változhat). A mólarányt 0-0,5 tartományban változtatva megállapítottuk, hogy a leghatékonyabb elválasztás mr = 0,25 mólarány esetén volt elérhető mindkét borkősav származék esetén a következő eredmények mellett: DBBS esetén F = 0,614, DPTBS esetén F = 0,804. Az extrakciós paraméterek hatását 100 – 200 bar nyomás-, és 33 – 63 °C hőmérséklet tartományban vizsgálva az eredmények mindkét esetben azt mutatták, hogy a reszolválás hatékonyságára sem a hőmérsékletnek, sem a nyomásnak nincs szignifikáns hatása, meghatározza azonban az extrakcióhoz szükséges szén-dioxid mennyiségét. A 100 bar-on és 63 °C-on végzett extrakció esetén tapasztalt 820 g CO_2 / g rac-MA fajlagos oldószer felhasználás a 200 bar-on és 33 °C-on végzett extrakció esetén 440 g CO_2/g rac-MA értékre csökkent.

A munka második szakaszában szinergens hatásokat keresve rokon szerkezetű reszolválószerek együttes alkalmazása mellett végeztünk reszolválást. A vizsgált kétkomponensű reszolválószer keverékek: DBBS-DPTBS, BS-DBBS és BS-DPTBS. Az első fázisban a reszolválószer keverék / racém vegyület móarányt mr = 0,5 értéken rögzítettük. A reszolválószer keveréken belül 1:1 arányban keverve az önmagukban is hatékony elválasztást mutató DBBS és DPTBS rszolválószereket a reszolválás hatékonyságát tekintve szinergens hatás nem volt kimutatható. Az egyedileg aktív és nem aktív reszolválószerek keverékét vizsgálva mr=0,5 reszolválószer keverék mólaránynál mindkét esetben az elválasztás hatékonyságára gyakorolt pozitív hatást tapasztaltunk, míg ez a hatás mr = 0,25 reszolválószer keverék mólarány esetén nem volt megfigyelhető.

A kutatómunkát az OTKA (K 72861) támogatta.