

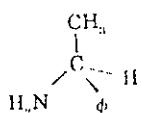
RÉSOLUTION AV (+)-1-FENYLETYLAMIN 52-53

Laborationen går ut på att separera enantiomererna från varandra. De flesta fysikaliska egenskaper exempelvis smältpunkt, kokpunkt, densitet är lika för enantiomererna. Något som skiljer molekylerna åt är att de vridet planpolariserat ljus åt olika håll och reagerar olika med chirala molekyler.

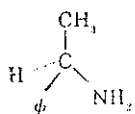
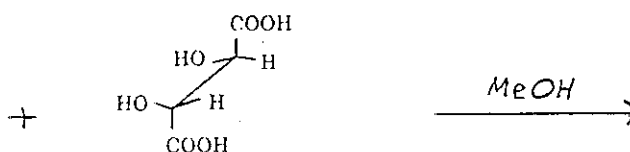
Det är den senare egenskapen som utnyttjas i denna laboration för att separera enantiomererna från varandra.

Om man låter (R,S)(+)-1-fenyletylamin reagera med (R,R)(+)-vinsyra får man ett par av diastereomerer. Dessa är (R)-(+)-1-fenyletylamin (R,R)-(+)-tartrat och (S)(-)-1-fenyletylamin (R,R)-(+)-tartrat. (R)-aminens salt bildar nålformiga kristaller som flyter på ytan i en metanollösning och som dessutom har högre löslighet i metanol än vad (S) aminens salt har. Det senare bildar vid kristallisation prismaformade kristaller som sjunker till botten.

Komma

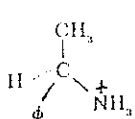


(S)(-)-1-fenyletylamin



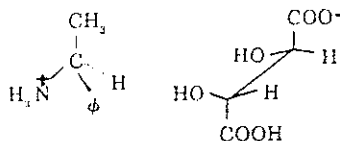
(R)(+)-1-fenyletylamin

(R,R)(+)-vinsyra



(R)(+)-1-fenyletylamin-

-(R,R)(+)-tartrat



(S)(-)-1-fenyletylamin-

-(R,R)(+)-tartrat

Utförande:

Lös upp 6,25 g (+)-vinsyra i 90 ml varm metanol i en 250 ml E-kolv, dragskåp! När allt är löst tillsätts portionsvis 5,0 g (våg!) (-)-1-fenyletylamin så att blandningen inte kokar över. Efter tillsatsen låt lösningen svalna till rumstemperatur. Kristallisationen brukar komma igång efter någon timme. Om inte, riv försiktigt med en glasstav runtom vätskans gränssyta. Små prismaformade kristaller bör då snart sakta falla ut. Om Du får en "fluffig" kristallisation, värm blandningen precis så mycket att bara en kristall som ligger i botten på kolven finns kvar. Låt sedan stå över natt i rumstemperatur. Sugfiltrera de erhållna kristallerna, tvätta med kall metanol och sedan eter (15 ml av varje).

Våg!!!

Lös kristallerna i 20 ml H<sub>2</sub>O och gör ordentligt basiskt med 15 ml 8 M NaOH, rör om och kolla pH noga (viktigt för utbytet). Extrahera med 3x25 ml eter (kolla pH i vattenfasen efter extr. - skall fortfarande vara basiskt). Eterfaserna tvättas med vatten. Torka de sammanslagna eterfaserna med natriumsulfat (40 min). Det är viktigt att lösningen är helt vattenfri. OBS! Kraftig omrörning under torkningen kan ge karbonatsalt av aminen. Fallfiltrera av torkmedlet. Fäll hydrokloriden genom att leda ner HCl (g) i kolven med eter. Sugfiltrera, tvätta med lite eter, våg, och omkristallisera ur acetonitril (torr). Torka kristallerna i exikator samt väg. Smp för hydrokloriden 171<sup>o</sup>.

## Optisk vridning:

Nollställ polarimetern mot lösningsmedlet.

Lös i vatten minst 0,4 g (ange invägd mängd så noga som möjligt) i en 10 ml mätkolv. Fyll kuvetten med ~1 ml av lösning, kolla att inga luftbubblor finns i strålgången. Sätt i kuvetten och mät vridningen

$$[\alpha]_D = \frac{100 \alpha}{c l}$$

$[\alpha]_D$  = specifik vridning vid 589 nm (Natrium D - linjen)

$\alpha$  = observerad vridning i grader dvs avläst värde

$l$  = cellens längd i dm

$c$  = g/100 ml