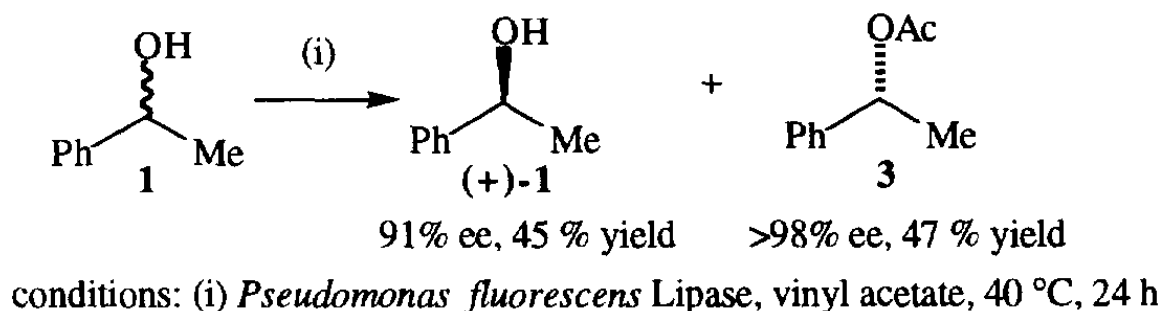


Risoluzione cinetica enzimatica dell'1-feniletanolo



200 mg (1.6 mmol) di 1-feniletanolo vengono scolti in 5 ml di vinil acetato e 80 mg di Lipasi da *Pseudomonas fluorescens* (20000 U/mg, Unità enzimatica (UE): è la quantità di enzima che provoca la trasformazione di 1 μ mole di substrato per minuto, a 25°C e in condizioni ottimali) vengono aggiunti sotto agitazione. La miscela di reazione viene lasciata sotto agitazione in bagno ad acqua a 40-50°C per almeno 24h. La reazione viene seguita tramite TLC (etere di petrolio-acetato di etile: 80-20), quando le macchie dell'alcol e del composto acetilato appaiono circa della stessa intensità all'UV, la miscela viene filtrata per separare l'enzima. Il solvente viene svaporato, e i prodotti separati per flash cromatografia. (*J. Org. Chem.*, Vol. 43, No. 14, **1978**, 2923-5). Registrare lo spettro ^1H NMR dei prodotti ottenuti, e determinarne la resa, la configurazione assoluta e l'eccesso enantiomerico. Calcolare il rapporto enantiomerico E. (*J. Am. Chem. Soc.* Vol.104, **1982**,1294-1299)

Sintesi del prodotto acetilato racemo 3.

A 0.24 mmol di alcol **1** vengono aggiunti 1 ml di diossano, 0.06 g (0.5 mmol) di dimetilamminopiridina (DMAP) e 0.07 mL (0.75 mmol) di anidride acetica. La miscela di reazione viene lasciata sotto agitazione per una notte, dopodiché si rimuove il solvente al rotavapor. Al liquido ottenuto vengono aggiunti 20 mL di HCl 2.4 N e la soluzione viene estratta con tre porzioni di etere dietilico. Le fasi organiche riunite vengono lavate con una soluzione di NaCl sat. e poi anidificate su Na_2SO_4 anidro. Il solvente viene poi rimosso al rotavapor, registrare lo spettro ^1H NMR del prodotto grezzo che servirà come confronto alla TLC e all'HRGC chirale. (colonna capillare chirale Mega Type DiMePeBETACDX, β -ciclodestrine dimetil pentil derivatizzate, 25 m \times 0.32 mm, gas di trasporto: He, pressione in testa di 110 kPa, split 1:50, temperatura dell' iniettore 240°C e temperatura del detector (FID) 260°C, forno: 2 minuti a 100°C, 3°C/min fino a 150°C, CH_2Cl_2 come solvente per i campioni)

Idrolisi del composto acetilato 3.

1,02 mmol di estere **3** vengono scolti in 22,3 ml di MeOH a t.a. si aggiungono 0,282 g (2,04 mmol) di K_2CO_3 (2 equivalenti) sotto agitazione costante per 1 giorno. Si aggiungono 30 mL di acqua per sciogliere il sale, si estrae 3 volte con etere dietilico, si anidifica con sodio solfato anidro e si svapora il solvente al rotavapor.