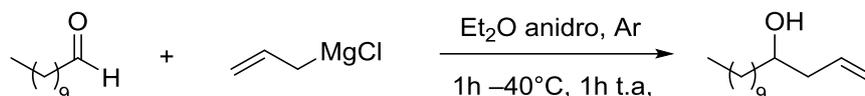


Sintesi del 1-tetradecen-4-olo



A una soluzione ottenuta sciogliendo 1 g di undecanale (5,9 mmol) in 8 ml di etere dietilico anidro, (anidrificato per distillazione da sodio metallico e benzofenone in atmosfera di Ar), agitata sotto flusso di Ar e mantenuta intorno a -40°C , vengono aggiunti lentamente tramite un imbuto gocciolatore 1,2 eq. di allilmagnesio cloruro, soluzione 2 M in THF.

Dopo un'ora la miscela di reazione viene rimossa dal bagno e lasciata per un'altra ora a t.a., sempre sotto agitazione e in atmosfera di Ar.

Al termine della reazione la miscela ottenuta viene lavata con 5-6 ml di HCl 1:4 v/v e la fase acquosa separata viene poi estratta tre volte con etere dietilico. Le fasi organiche riunite sono lavate con NaHCO_3 5% e poi con acqua.

La soluzione organica viene anidrificata su Na_2SO_4 anidro e svaporata al rotavapor. Il grezzo viene purificato tramite flash-chromatography, utilizzando come fase mobile una miscela di etere di petrolio e acetato di etile in gradiente di polarità: partendo da etere di petrolio puro si aggiunge il 2% di acetato di etile ogni 100 mL di eluente utilizzato. Delle frazioni raccolte viene effettuata una TLC utilizzando come eluente una miscela di etere di petrolio e acetato di etile 90:10 (indicatore soluzione acida di KMnO_4).

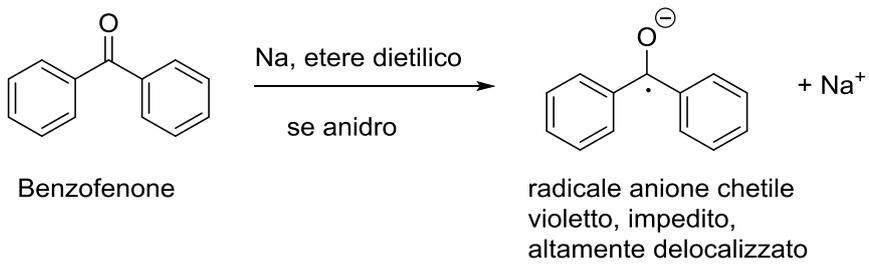
Calcolare la resa della reazione, determinare il punto di fusione e registrare gli spettri IR, ^1H NMR e ^{13}C NMR del prodotto purificato.

Solido bianco: p.f. $45-46^{\circ}\text{C}$, IR cm^{-1} : 3341, 1641

^1H NMR (400 MHz) δ 5.89-5.78 (m, 1H), 5.17-5.14 (m, 1H), 5.13-5.11 (m, 1H), 3.68-3.61 (m, 1H), 2.34-2.27 (m, 1H), 2.18-2.10 (m, 1H), 1.63 (br, 1H), 1.48-1.22 (m, 18H), 0.88 (t, $J = 7.1$, 3H);

^{13}C NMR (100 MHz) δ 134.9, 118.0, 70.7, 41.9, 36.8, 31.9, 29.7, 29.6, 29.3, 25.7, 22.7, 14.1

Indicatore per l'etere anidro: il benzofenone



Il radicale anione in presenza di acqua si estingue:

