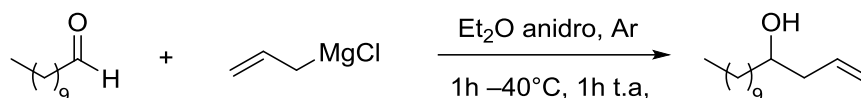


## Sintesi del 1-tetradecen-4-olo



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  $-40^{\circ}\text{C}$ , 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  $\text{NaHCO}_3$  5% e poi con acqua.

La soluzione organica viene anidrificata su  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  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  $\text{KMnO}_4$ ).

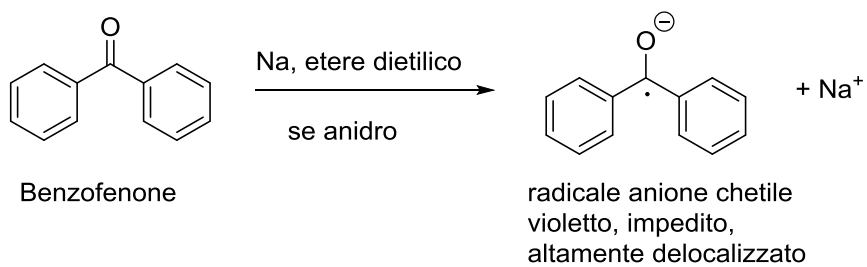
Calcolare la resa della reazione, determinare il punto di fusione e registrare gli spettri IR,  $^1\text{H}$  NMR e  $^{13}\text{C}$  NMR del prodotto purificato.

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

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz)  $\delta$  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);

$^{13}\text{C}$  NMR (100 MHz)  $\delta$  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:

