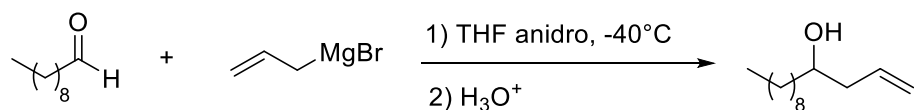


Sintesi del 1-tridecen-4-olo



In un pallone a tre colli anidrificato la notte in stufa e successivamente raffreddato sotto flusso di argon si posiziona nel collo centrale l'imbuto gocciolatore dotato di compensatore, mentre nei due colli laterali si posizionano il termometro da freddo e l'entrata del flusso di argon. Viene preparata una soluzione inserendo nel pallone 1 g di decanale e 10 mL di THF anidro dall'imbuto gocciolatore. Terminata l'aggiunta di solvente si pone il pallone nel bagno di azoto liquido e acetone. Una volta che la temperatura all'interno del pallone raggiunge i -40°C vengono aggiunti lentamente 1,2 eq di allil magnesio cloruro (soluzione 2M 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 10-12 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 NaHCO₃ 5% e poi con acqua.

La soluzione organica viene anidrificata su Na₂SO₄ 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 90:10 isocratica. Delle frazioni raccolte viene effettuata una TLC utilizzando come eluente una miscela di etere di petrolio e acetato di etile 80:20. (indicatore soluzione acida di KMnO₄). Calcolare la resa della reazione, registrare gli spettri IR, ¹H NMR, ¹³C NMR del prodotto purificato.

Tridec-1-ene-4-olo. Olio incolore; IR (CHCl₃): 3620, 3480, 3010, 2860, 1470, 1232, 997 cm⁻¹. ¹H NMR (CDCl₃, 200 MHz): δ = 0.87 (3H, t, J = 6.6 Hz, H-13), 1.20-1.50 (15H, m), 1.70 (1H, m), 2.21 (2H, m, H-3), 3.63 (1H, bs, H-4), 5.04-5.20 (3H, m, H-1), 5.82 (1H, dddd, J₁ = 14.5 Hz, J₂ = 9.5 Hz, J₃ = 8.0 Hz, J₄ = 6.6 Hz, H-2) ppm. ¹³C-NMR (CDCl₃, 50 MHz): δ = 14.1, 22.7, 25.7, 29.3, 29.5, 29.6, 29.7, 31.9, 36.8, 41.9 (C-3), 70.7 (C-4), 117.9 (C-1), 134.9 (C-2) ppm.