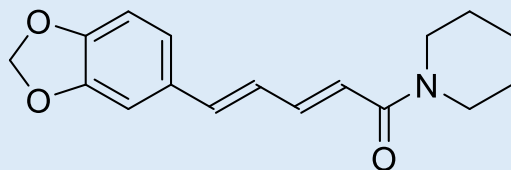


Piperyna



Odczynniki

Mielony czarny pieprz	15 g
Chlorek metylenu	45 mL
Eter dietylowy	10-15 mL
95% Etanol	10-15 mL

Procedura

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 mL, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się mielony czarny pieprz (15 mg), dodaje chlorek metylenu (30 mL) oraz kilka kamyczków wrzennych. Mieszaninę ogrzewa się do wrzenia przez 30 minut. Używając dużego lejka Büchnera, mieszaninę przesącza się pod zmniejszonym ciśnieniem. Pozostałości pieprzu przepłukuje się chlorkiem metylenu (do 15 mL), a następnie zatęża się uzyskany przesącz za pomocą wyparki próżniowej, usuwając większą część rozpuszczalnika. Aby usunąć nadmiar rozpuszczalnika, pozostałość schładza się w łaźni lodowej, dodaje się zimnego eteru dietylowego (5-10 mL) do kolby i uciera się, aż eter dokładnie wymiesza się z pozostałymi składnikami (może zacząć wytrącać się osad). Eter usuwa się za pomocą wyparki próżniowej. Jeśli pozostałość wciąż wydaje się oleista, powtarza się proces chłodzenia, ucierania i odparowywania. Gdy pozostałość wygląda na zestaloną, rozpuszcza się ją w 95% etanolu (10-15 mL). Do 10% roztworu wodorotlenku potasu w 95% etanolu (10 mL), znajdującego się w osobnej kolbie stożkowej o pojemności 150 mL, dodaje się ekstrakt pieprzowy w etanolu. Powstały roztwór podgrzewa się na łaźni parowej i powoli dodaje się wodę za pomocą pipety Pasteura (kroplami wzdłuż ścianek kolby). Mieszanina powinna stać się mętna, a żółty osad zacząć się wytrącać. Dodawanie wody kontynuuje się w ten sposób, aż łączna ilość wyniesie 100 mL. Osad odsącza się za pomocą filtracji pod zmniejszonym ciśnieniem, używając małego lejka Büchnera oraz dwóch kawałków bibuły filtracyjnej (zapobiega to zapychaniu filtra). Osad dwukrotnie przemywa się porcjami wody (po 5 mL), a następnie pozostawia do wyschnięcia.

Na tym etapie możesz przerwać i kontynuować na kolejnych zajęciach.

Czystość surowego produktu można określić za pomocą, porównawczej do czystej piperyny, analizy TLC używając jako eluenta mieszaniny rozpuszczalników toluen/octan etylu w proporcji 70 do 30 i wykorzystując naświetlanie lampą UV jako metodę wizualizacji rozwiniętej płytki.

Postać: Żółty krystaliczny osad

Temperatura topnienia: 131-135 °C

TLC: $R_f = 0,42$ (toluen : octan etylu 70:30 (V/V)).

$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ : 7,40 (dd, $J = 14,6$; 9,7 Hz, 1H); 6,98 (s, 1H); 6,89 (d, $J = 7,9$ Hz, 1H); 6,78 (d, $J = 7,9$ Hz, 1H); 6,77 – 6,69 (m, 2H); 6,43 (d, $J = 14,6$ Hz, 1H); 5,98 (s, 2H); 3,64 (s, 2H); 3,53 (s, 2H); 1,71 – 1,64 (m, 2H); 1,63 – 1,55 (m, 4H).

IR (KBr) cm^{-1} : 2940, 1634, 1611, 1582, 1509, 1252, 1133, 1031.

Piktogramy określające rodzaj zagrożenia na etykietach związków chemicznych

Chlorek metylenu		
Eter dietylowy		
95 % Etanol		
Octan etylu		
Piperyna		

Informacje dodatkowe

Piperyna to alkaloid występujący w roślinach z rodzaju *Piper*, takich jak *Piper nigrum* (czarny pieprz) i *Piper longum* (długi pieprz). Piperyna jest stosowana nie tylko jako przyprawa, ale również w różnych preparatach medycyny tradycyjnej, w tym w najstarszej nauce medycznej praktykowanej od czasów starożytnych w Indiach (Ajurweda). Piperyna była szeroko badana przez środowisko naukowe ze względu na swoje właściwości przeciwzapalne, przeciwnowotworowe, immunomodulacyjne i hepatoprotekcyjne.

Literatura uzupełniająca:

1. Anshuly Tiwari, Kakasaheb R. Mahadik, Satish Y. Gabhe, *Medicine in Drug Discovery*, **2020**, 7, 100027.

Widmo ^1H NMR

