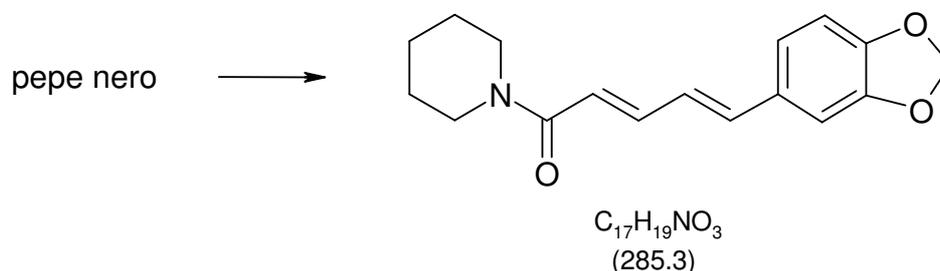


1022 Separazione della piperina dal pepe nero



- **Classificazione**

Tipo di reazione e classi di sostanze

Separazione di composti da prodotti naturali;
 Prodotto naturale;

Tecniche usate

Estrazione con estrattore Soxhlet, agitazione con ancoretta magnetica, riscaldamento sotto riflusso, filtrazione, concentrazione con evaporatore rotante, bagno di raffreddamento a ghiaccio, bagno riscaldante ad olio;

- **Istruzioni (scala dell'esperimento: 30 g)**

Attrezzatura

Pallone da 250 mL, condensatore a riflusso, estrattore Soxhlet da 100 mL con filtro per estrazioni, lana di vetro, agitatore magnetico riscaldante con ancoretta magnetica, evaporatore rotante, imbuto da vuoto Büchner, beuta da vuoto, evaporatore rotante, bagno di ghiaccio, essiccatore con essiccante, bagno ad olio;

Sostanze

pepe nero (in polvere)	30 g
acetato di etile (pe 77 °C)	150 mL
soluzione di KOH al 10% in una miscela etanolo : acqua = 1 : 1	30 mL

Reazione

Predisporre un pallone da 250 mL, dotarlo di ancoretta magnetica e versarvi 150 mL di acetato di etile. Posizionare sopra il recipiente un estrattore Soxhlet e riempirne il filtro con 30 g di pepe nero (in polvere); coprire quindi il tutto con poca lana di vetro. Montare un condensatore a riflusso sopra l'estrattore e, mantenendo sotto costante agitazione, portare la miscela a riflusso (vivace) per 5 ore.

Work up

Eliminare il solvente tramite evaporatore rotante fino ad ottenere un solido (2,7 g circa).

Agitare il residuo ottenuto in presenza di 30 mL di una soluzione di KOH al 10% (in etanolo : acqua = 1 : 1). Filtrare la miscela risultante, quindi raffreddare il filtrato in un bagno di ghiaccio (ad una temperatura di 0-4 °C), così da favorire la cristallizzazione del prodotto. Filtrare il precipitato su un imbuto da vuoto Büchner e lavarlo con poca acqua, quindi filtrarlo nuovamente. Seccare i cristalli ottenuti in un essiccatore fino a raggiungere un peso costante.

Resa: 84 mg; punto di fusione: 125-126 °C;

Gestione dei rifiuti**Riciclo**

L'acetato di etile evaporato viene raccolto e distillato.

Suggerimenti per lo smaltimento dei rifiuti

Rifiuto/i	Smaltimento
Filtrato (miscela etanolo-acqua)	Miscele acquose di solventi, non contenenti alogeni
Residuo nel filtro	Rifiuti solidi, non contenenti mercurio
Filtro per estrazioni (con residuo)	Rifiuti solidi, non contenenti mercurio

Durata dell'esperimento

6-7 ore, incluso il tempo necessario per scaldare a riflusso la miscela (5 ore).

Quando posso interrompere l'esperimento?

Prima di allontanare il solvente;

Prima del trattamento con la soluzione di KOH.

Grado di difficoltà

Facile

- Caratterizzazione**

Monitoraggio della reazione con TLC

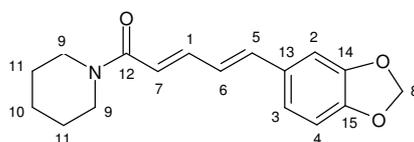
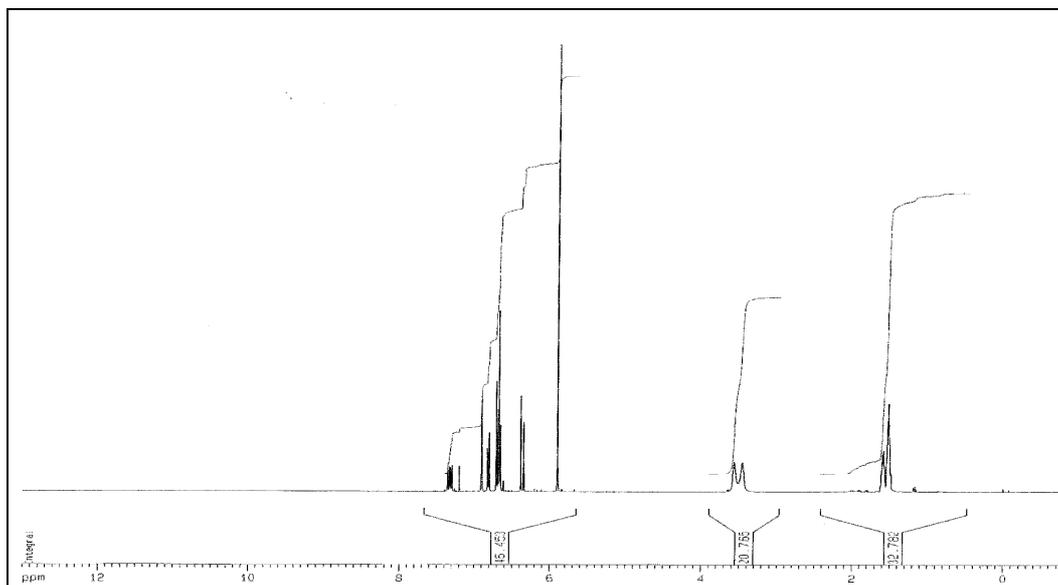
Condizioni TLC:

Adsorbente: Lastrina Merck TLC Alu plates silica gel 60 F₂₅₄; dimensioni: 5 x 10 cm;

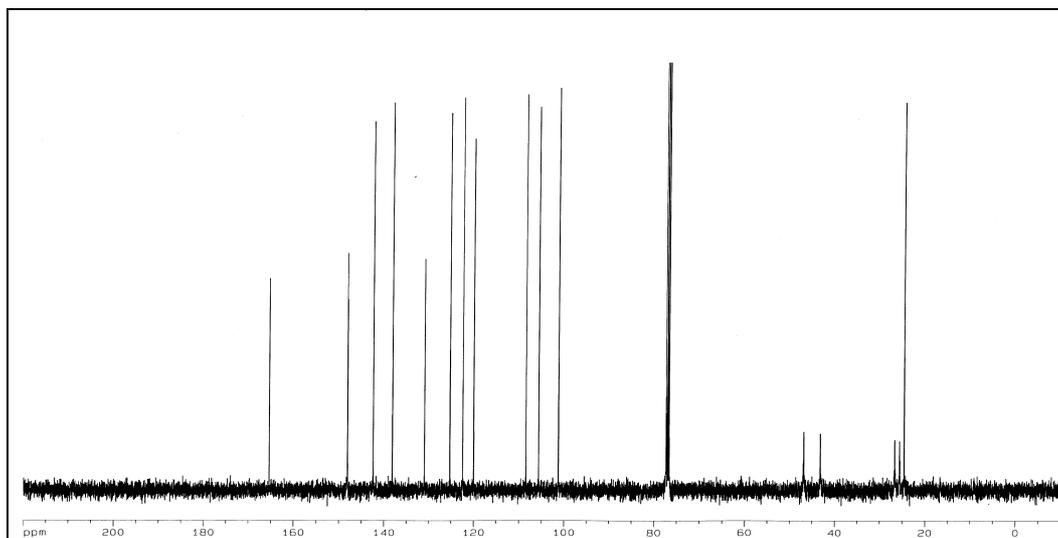
Eluente: diclorometano : acetato di etile = 3 : 1

Visualizzazione lastrina: La piperina presenta una fluorescenza blu a UV₃₆₅ e un quenching di fluorescenza a UV₂₅₄;

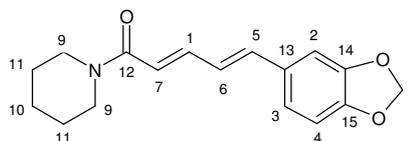
R_f (piperina): 0,5

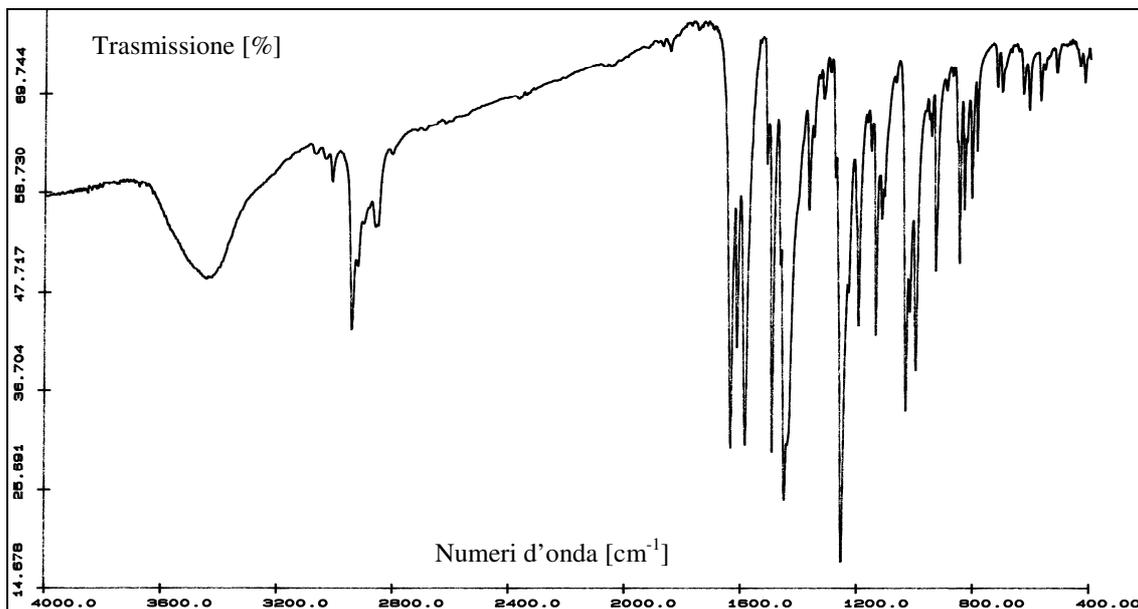
Spettro ^1H NMR del prodotto puro (400 MHz, CDCl_3)

δ [ppm]	Molteplicità	Numero di H	Assegnazione
1.49–1.54	m	4	11-H
1.56–1.59	m	2	10-H
3.45–3.56	m	4	9-H
5.90	s	2	8-H
6.36	d	1	7-H
6.66	m	1	6-H
6.67	m	1	5-H
6.70	d	1	4-H
6.80–6.82	dd	1	3-H
6.90–6.91	m	1	2-H
7.30–7.36	ddd	1	1-H
7.26			solvente

Spettro ^{13}C NMR del prodotto puro (100 MHz, CDCl_3)

δ [ppm]	Assegnazione
24.60	C-10
25.55	C-11
26.66	C-11
43.17	C-9
46.84	C-9
101.21	C-8
105.60	C-2
108.41	C-4
120.02	C-7
122.42	C-3
125.30	C-5
130.95	C-13
138.13	C-6
142.39	C-1
148.05	C-14
148.13	C-15
165.35	C-12
76.5-77.5	solvente



Spettro IR del prodotto puro (KBr)

[cm ⁻¹]	Assegnazione
3065-3010	C-H stretching, aromatico e alchene
2940-2850	C-H stretching, alcano
1635	C=O stretching, ammido
1610	C=C stretching, aromatico e alchene
1580, 1490	C=C stretching, aromatico