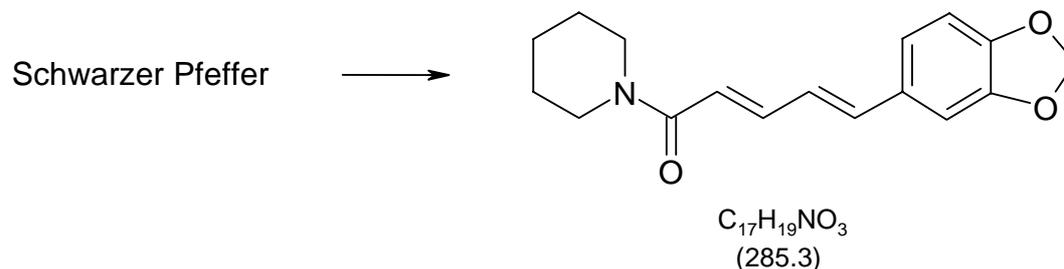


1022 Isolierung von Piperin aus schwarzem Pfeffer



Klassifizierung

Reaktionstypen und Stoffklassen

Isolierung von Naturstoffen

Naturstoff

Arbeitsmethoden

Extrahieren mit Soxhlet-Extraktionsaufsatz, Rühren mit Magnetrührer, Erhitzen unter Rückfluss, Abfiltrieren, Abrotieren, Kühlen mit Eisbad, Heizen mit Ölbad

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 30 g)

Geräte

250 mL Rundkolben, Rückflusskühler, 100 mL Soxhlet-Extraktionsaufsatz, Extraktionshülse, Glaswolle, heizbarer Magnetrührer, Magnetührstab, Büchnertrichter, Absaugflasche, Eisbad, Exsikkator, Ölbad

Chemikalien

Schwarzer Pfeffer, gemahlen	30 g
Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C)	150 mL
10%ige Lösung von KOH in Ethanol/Wasser 1:1	30 mL

Durchführung der Reaktion

In einen 250 mL Rundkolben mit Magnetührstab werden 150 mL Essigsäureethylester gegeben. Ein Soxhlet-Extraktionsaufsatz wird aufgesetzt, in die Extraktionshülse werden 50 g gemahlener schwarzer Pfeffer gefüllt und mit etwas Glaswolle abgedeckt. Man setzt einen Rückflusskühler auf den Soxhlet-Aufsatz, rührt und erhitzt 5 Stunden unter kräftigem Rückfluss.

Aufarbeitung

Anschließend wird vom Extrakt das Lösungsmittel abrotiert. Es bleiben 2.7 g Festsubstanz als Rückstand.

Der Rückstand wird mit 30 mL einer 10%igen Lösung von KOH in einem Ethanol-Wasser-Gemisch (1:1) durchgerührt. Die Mischung wird filtriert und das Filtrat in einem Eisbad auf 0-4 °C gekühlt. Es scheidet sich ein kristalliner Niederschlag ab. Er wird abgesaugt und mit wenig Wasser gewaschen, erneut kräftig abgesaugt und im Exsikkator bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Ausbeute: 84 mg, Schmp. 125 –126 °C

Abfallbehandlung

Recycling

Der abrotierte Essigsäureethylester wird gesammelt und redestilliert.

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
ethanolisch-wässriges Filtrat	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei
Filtrerrückstand	Feststoffabfall, quecksilberfrei
Extraktionshülse mit Inhalt	Feststoffabfall, quecksilberfrei

Zeitbedarf

6-7 Stunden, davon 5 Stunden Erhitzen unter Rückfluss

Unterbrechungsmöglichkeit

Vor dem Abrotieren

Vor dem Aufnehmen in KOH-Lösung

Schwierigkeitsgrad

Leicht

Analytik

Reaktionskontrolle mit DC

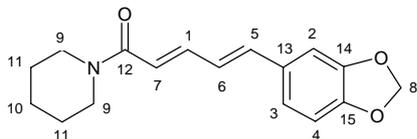
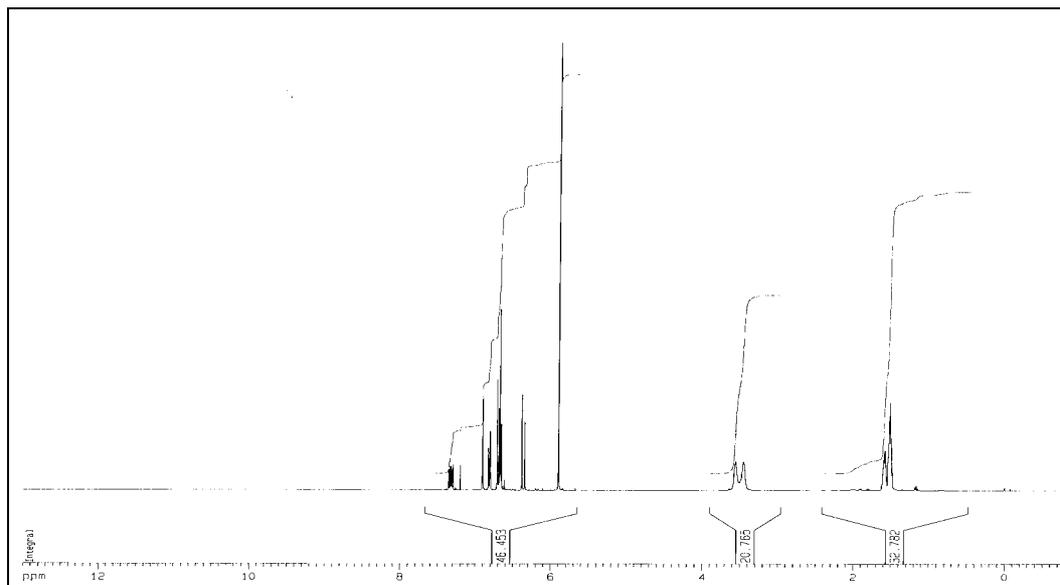
DC-Bedingungen:

Trägermaterial: Macherey und Nagel Polygram SilG/UV Fertigfolien, 0.2 mm

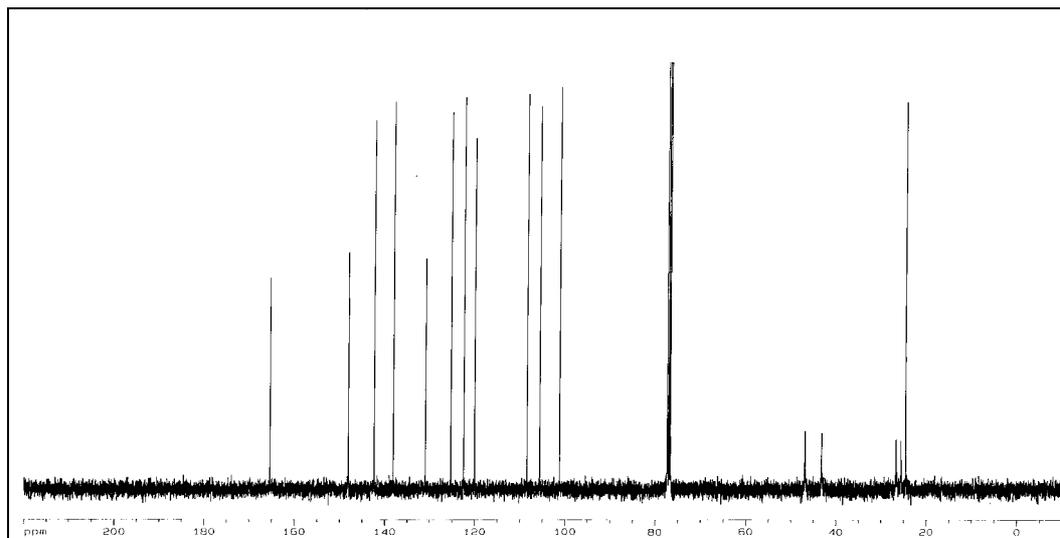
Laufmittel: Dichlormethan:Essigsäureethylester 3:1

Sichtbarmachung: Piperin zeigt bei UV₃₆₅ blaue Eigenfluoreszenz, bei UV₂₅₄ Fluoreszenzlöschung

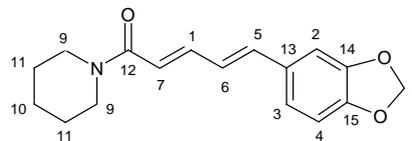
R_f (Piperin) 0.5

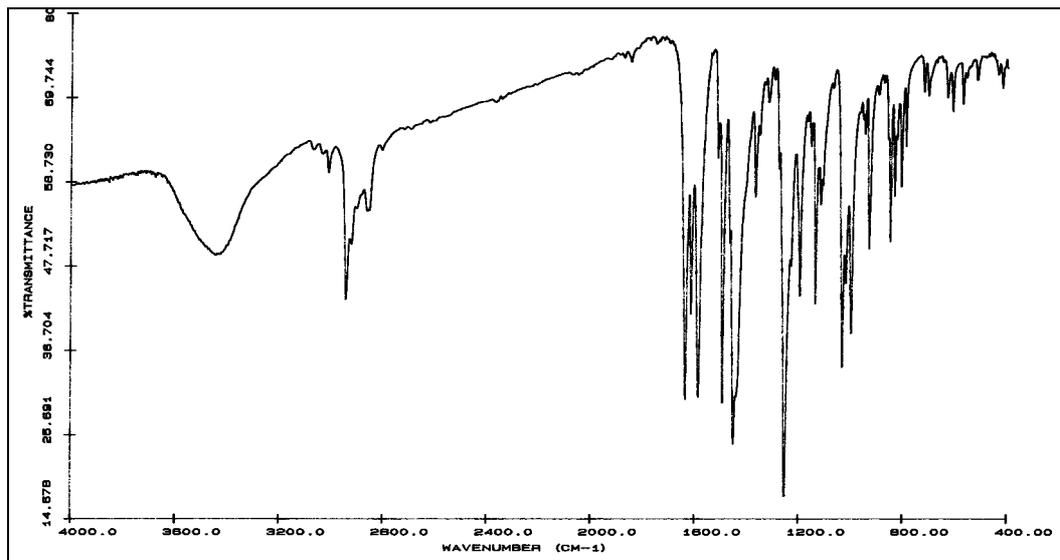
^1H NMR-Spektrum von Piperin (400 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
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			Lsgm.

^{13}C NMR-Spektrum von Piperin (100 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Zuordnung
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	Lsgm.



IR-Spektrum von Piperin (KBr)

Wellenzahl (cm ⁻¹)	Zuordnung
3065-3010	C-H-Valenz, Aromat u. Alken
2940-2850	C-H-Valenz, Alkan
1635	C=O-Valenz, Carbonsäureamid
1610	C=C-Valenz, Alken, Aromat
1580, 1490	C=C-Valenz, Aromat