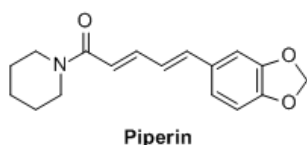


Extraktion von Piperin aus weißem Pfeffer

Piperin ist das Hauptalkaloid des Pfeffers *Piper nigrum* und anderer Pfeffersorten und verleiht dem Pfeffer seine Schärfe. Da im Pfeffer Piperin in einer beachtlichen Menge vorkommt (Literatur 5-9 %) kann dieser leicht isoliert werden. Der problematischste Teil der Aufarbeitung ist die Entfernung von Harzen und Fetten, die bei der Extraktion mit isoliert werden. In der Literatur findet sich deren Entfernung durch Kristallisation des eingeeengten Extraktes aus einer verdünnten ethanolischen Kaliumhydroxid-Lösung wieder. Da dieser Schritt jedoch nur bedingt nachvollziehbar ist und - laut der Theorie - eine bedingte Zersetzung des Piperins nach sich zieht wird hier eine alternative Extraktionsmethode vorgestellt. Jedoch gibt es mittlerweile Patente die die Nutzung von 4-Butylbenzensäure-Natriumsalz zur Isolation des Piperins mit einer sehr hohen Recovery (>95 %) beschreiben und sich somit auch im Hobbymaßstab noch besser für eine Extraktion eignen würden.



Geräte:

Rundkolben mit passendem Heizpilz, Soxhletextraktor mit passendem Rückflusskühler, diverse Bechergläser, Möglichkeit nur Vakuumfiltration, Glasfritte oder Büchnertrichter

Chemikalien:

weißer Pfeffer, gemahlen
Ethylacetat (F, Xi)
Calciumchlorid, wasserfrei (Xi)
Kieselgur, geglüht
Kieselgel 60
n-Propanol (C, F, Xi)
n-Hexan (F, N, Xi, Xn)
Dichlormethan (Xi, Xn)

Piperin (N, Xi)

Hinweis: Vorsicht beim Umgang mit Heizpilzen, vorher auf Funktionalität prüfen und ggf. austauschen. Eine dem Heizpilz angemessene Kühlleistung ermöglichen.

Durchführung:

Zur Gewinnung von Impfkristallen wird ca. 1 g des Pfeffers (trocknen nicht notwendig) mit ca. 3-5 mL einer Mischung aus Hexan und Dichlormethan (70:30) kurz zum Sieden erhitzt und heiß filtriert oder dekantiert. Trübt sich die organische Phase werden wenige Tropfen Dichlormethan dazugegeben bis sie klar ist. Innerhalb einer Stunde scheiden sich kleine, gelbe, stark lichtbrechende Kristalle reinen Piperins aus, welche als Impfkristalle verwendet werden können.

$f=0,70$). Zum Extrakt werden 15 g wasserfreies Calciumchlorid (wurde der Pfeffer zur Massenkonstanz getrocknet reicht eine kleinere Menge) gegeben und die Mischung eine Stunde gerührt, um eventuell enthaltenes Wasser und einige Nebenprodukte zu entfernen. Die Mischung wird durch ein Kieselgurpad filtriert und der Rückstand mit ca. 50 mL Ethylacetat nachgewaschen. Das Filtrat wird anschließend durch ein Kieselgelpad (ca. 50 cm³) gereinigt und die resultierende Lösung bis auf 15 mL eingeeengt. Nach Zugabe eines Impfkristalls Piperin und kräftigem Schütteln wird im Gefrierschrank über Nacht das Piperin kristallisiert (falls erforderlich öfter schütteln). Anschließend wird filtriert, das Piperin mit wenig *n*-Propanol gewaschen und getrocknet. Eine anschließende DC zeigt nur einen Spot. Es kann aus kurzkettigen Alkoholen, Benzen/Ligroin, Diethylether, Aceton/Hexan, Dichlormethan/Hexan oder Ethylacetat (verlustreich) umkristallisiert werden.

Ausbeute: 2,382 g leicht gelb-beiges Pulver

Entsorgung:

Das Ethylacetat wird recycelt und das Filtrat nach der Kristallisation den halogenfreien Lösungsmittelabfällen zugeführt. Das Kieselgel wird gesondert entsorgt, das zum Trocknen verwendete Calciumchlorid kann über das Abwasser oder den Hausmüll entsorgt werden.

Erklärung:

Weißer Pfeffer eignet für die Extraktion wesentlich besser als schwarzer Pfeffer, da die Schale, welche kein Piperin sondern nur Begleitstoffe enthält, entfernt wurde. Der Trockenschritt mit Calciumchlorid dient dazu, das eventuell im Pfeffer enthaltene Wasser, welches mit extrahiert wurde, zu entfernen, um zu verhindern dass das Kieselgelpad desaktiviert wird. Das anfangs transluzente Kieselgelpad wird mit zunehmender Menge des darüber gereinigten Extraktes dunkler und undurchsichtig.