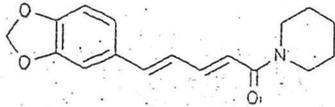


## 12.5. Piperin

Aufgabe : Extraktion aus Pfeffer



Ansatz : 10,0g gemahlener, schwarzer Pfeffer; 35 ml Dichlormethan

Vorschrift : In einem 100-ml-Rundkolben mit Rührer und Rückflußkühler wird der gemahlene, schwarze Pfeffer in 25 ml Dichlormethan 30 min am Rückfluß mit intensiver Kühlung erhitzt. Nach dem Abkühlen wird der Pfeffer abfiltriert und zweimal mit je 5 ml Dichlormethan gewaschen. Die vereinigten organischen Phasen werden im Rotationsverdampfer zu einem viskosen, braunen Öl eingedunstet. Das Öl wird im Eisbad gekühlt und unter Rühren mit 6 ml kaltem Diethylether versetzt. Wenig Piperin kann jetzt schon ausfallen, das aber nicht abfiltriert wird. Der Diethylether wird im Rotationsverdampfer abdestilliert und das mit Eis gekühlte viskose Öl nochmals mit 5-6 ml eiskaltem Diethylether unter Rühren versetzt. Kühlung vervollständigt die Kristallisation der gelben Kristalle von rohem Piperin. Der Niederschlag wird abfiltriert, zweimal mit je 2 ml eiskaltem Diethylether gewaschen und aus wenig Aceton/Hexan (3 : 2) umkristallisiert. ( nach : D.F.NETZ und J.L.SEIDEL J.Chem.Educ. 70 (7), 1993, S.598-599)

Produkt : Piperin (1-Piperoylpiperidin) : Schmp.: 130-133°C

Ausbeute : 2%

Mechanismus : Extraktion eines Naturstoffes aus pflanzlichem Material

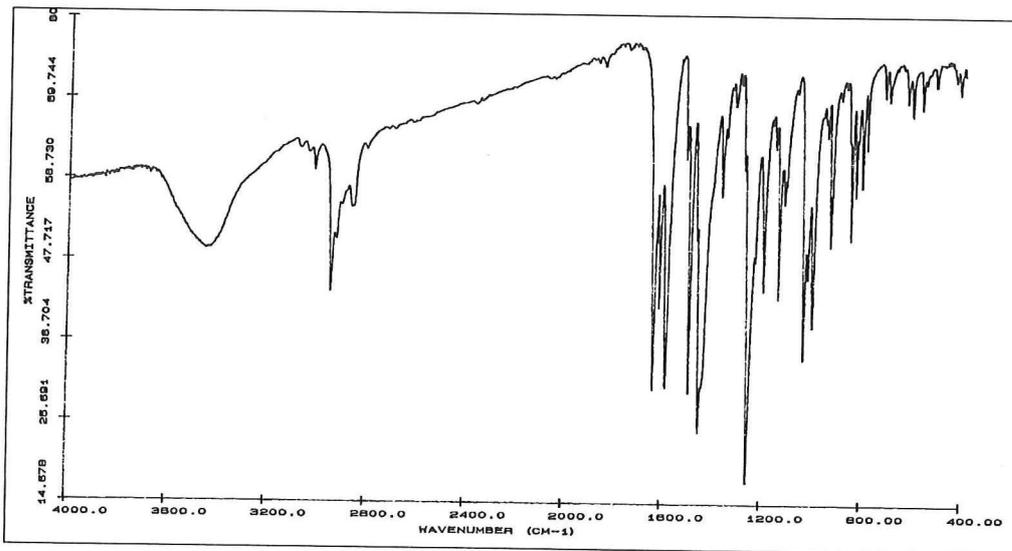
Bemerkungen : Der Kolben für die Behandlung mit Diethylether sollte so klein wie möglich sein (25 ml Rundkolben). Dichlormethan muß vollständig entfernt werden, da es die Ausfällung von Piperin mit Diethylether schon in Spuren stört. Sollte kein Niederschlag erhalten werden, muß das Einengen im Vakuum wiederholt werden. Die Extraktion und die Reinigungsoperationen sollten dünn-schichtchromatographisch verfolgt werden. Bedingungen : Silicagelfolie; Laufmittel : Aceton/Hexan (3:2); Detektion : unter UV-Licht bzw. in der Jodkammer.

Gefährdung : Piperin, Dichlormethan und n-Hexan sind gesundheitsschädlich (Xn), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit dem Körper vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Aceton und n-Hexan sind leichtentzündlich (F), alle von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

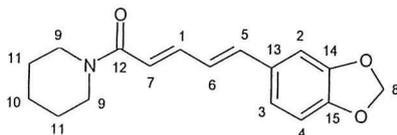
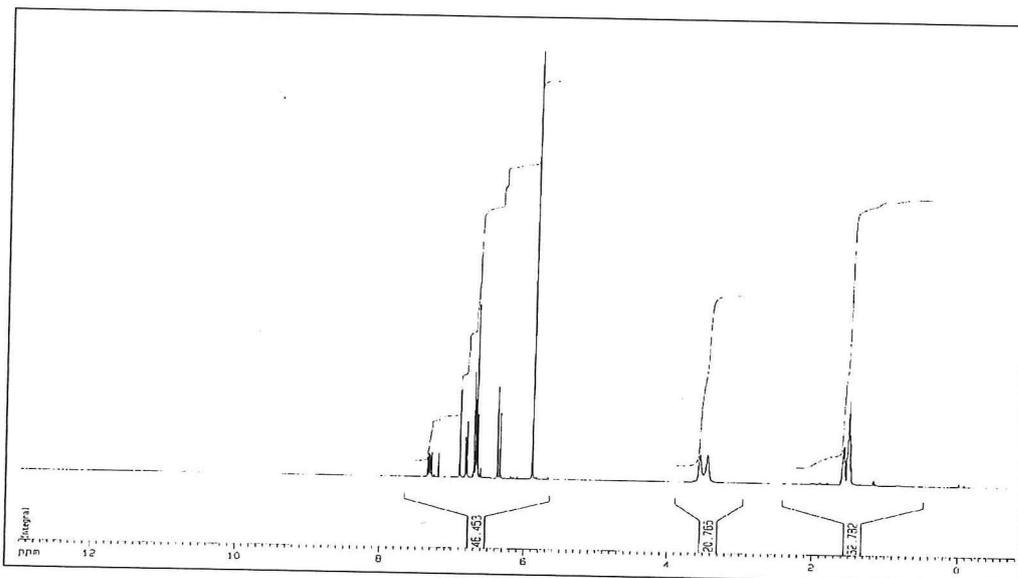
Entsorgung : Dichlormethan in Sammelbehälter für halogenhaltige organische Lösungsmittel. Diethylether, Aceton und n-Hexan in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand : Apparaturaufbau : 1,0 h ; Reaktionsdauer : 1,0 h ; Aufarbeitung : 2,0 h.

## IR-Spektrum von Piperin (KBr)



Wellenzahl (cm <sup>-1</sup> )	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

<sup>1</sup>H NMR-Spektrum von Piperin (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>)

$\delta$ (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.