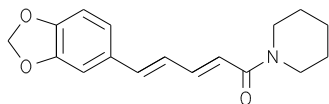


12.5. Piperin

E,E-1-[5-(1,3-benzodioxol-5-yl)-1-oxo-2,4-pentadienyl]-piperidin

Aufgabe: Extraktion aus Pfeffer



Ansatz: 10,0 g gemahlener, schwarzer Pfeffer
35 mL Dichlormethan
Diethylether, Aceton, Hexan

Vorschrift: Der gemahlene, schwarze Pfeffer wird in 25 mL Dichlormethan 30 Minuten 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. Es soll aber nicht abfiltriert werden. 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 in wenig Aceton/Hexan (3:2) umkristallisiert.

Literatur: D. F. Netz und J. L. Seidel, *J.Chem.Educ.* 70 (7), **1993**, 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. 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 dünnschichtchromatographisch 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.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Piperin	285,35	130-132		Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Dichlormethan	84,93	-97	40	Xn	H351	P201, P202, P281, P308+P313, P405, P501
Diethylether	74,12	-116	34	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Aceton	58,08	-96	56	F, Xi	EUH066, H225, H319, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P337+P313, P370+P378, P403+P235, P501
n-Hexan	86,18	-100	68,7	F, Xn, N	H225, H304, H315, H336, H361f, H373, H411	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P273, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P391, P403+P235, P405, P501

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Piperin	ADL	BK	WK	W	L	WEA	CSchP
Dichlormethan	ADKL	BHK	KW	WA	L	WKA	CSchP
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Aceton	DLK	BK	WK	WA	L	WAK	PSch
n-Hexan	DL	BK	WK	W	L	WA	PSchFeuerlöscher P, K