

ACTIVIDAD PRÁCTICA

Extracción de la piperina de la pimienta blanca

INTRODUCCIÓN

La pimienta es una especia nativa del sudeste asiático, pero distribuida en todo el mundo. Se ha utilizado en la cocina desde hace más de 4000 años donde destaca por su característico sabor picante. Este sabor es debido mayoritariamente a un compuesto químico presente en la cáscara y en la semilla de la pimienta, denominado piperina, que constituye del 4,6 al 9,7 % en masa del grano.

Es una sustancia cristalina incolora, aunque puede aparecer con una coloración amarilla clara. Es prácticamente insoluble en agua, pero sí es soluble en solventes orgánicos, como el etanol, el éter dietílico o el cloroformo.

En los últimos años, la piperina ha sido objeto de diversos estudios que comprobaron efectos altamente beneficiosos de su consumo para la salud, que incluyen, entre otros, la reducción del contenido de lípidos en el torrente sanguíneo, la mejora de la absorción de nutrientes y la inhibición del crecimiento de células cancerosas.

Es posible obtener la piperina directamente del grano de pimienta mediante un proceso de extracción, para lo que se aprovecha la alta solubilidad del compuesto en solventes orgánicos como el etanol. Existen dos métodos principales que pueden usarse para realizar la extracción: la maceración, en la que se pone en contacto los granos de pimienta molidos con el solvente a alta temperatura y se deja estacionar por un largo período de tiempo, y la extracción Soxhlet, en la que se utiliza un equipo especial que permite realizar varios procesos similares al de maceración en forma continua y automática.

En ambos casos, la piperina no es el único compuesto de la pimienta que es disuelto en el solvente, ya que, por ejemplo, las ceras y los aceites presentes en el grano pueden ser extraídos en conjunto. Por esta razón, luego de realizada la extracción es necesario llevar a cabo un tratamiento del extracto, de manera de separar la piperina del resto de los compuestos extraídos con ella para poder luego aumentar su pureza.



OBJETIVOS

Objetivo general

Extraer piperina de una muestra de pimienta blanca mediante un proceso de extracción Soxhlet y purificarla por recristalización en acetona.

Objetivos específicos

- Armar y manipular equipos para la extracción y para la eliminación de solventes.
- Realizar la preparación de una muestra de pimienta blanca para un proceso de extracción.
- Aplicar la técnica de extracción continua (Soxhlet) y comprender su importancia como etapa constitutiva de un proceso químico.
- Utilizar la evaporación a presión reducida (en un evaporador rotatorio) para eliminar solventes.
- Llevar a cabo una precipitación por cambio de disolvente para separar un compuesto de interés de una mezcla.
- Utilizar la técnica de recristalización como medio para purificar una sustancia.

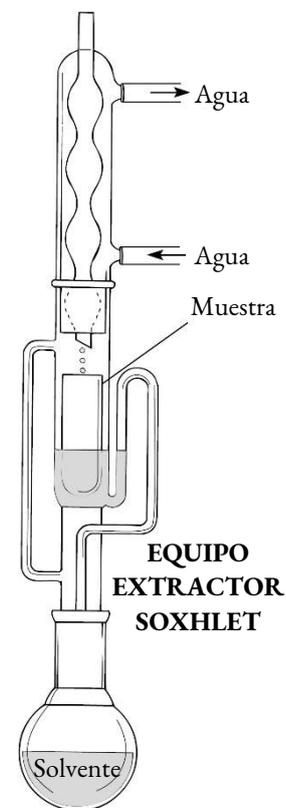
PROCEDIMIENTO

Preparación de la muestra

1. Masar aproximadamente 20 g de pimienta blanca en grano.
2. Transferir a un mortero y moler los granos hasta un tamaño de partícula similar al de los granos de arena. No conviene molerlos hasta un polvo fino (como la pimienta molida comercial) ya que dificulta el proceso de extracción a realizar posteriormente. Es posible usar un molino eléctrico para realizar la molienda.
3. Transferir la pimienta a un cartucho de celulosa previamente masado. Registrar la masa del cartucho más la pimienta.
4. Cubrir la muestra con un tapón de algodón de manera que no escape del cartucho de celulosa.

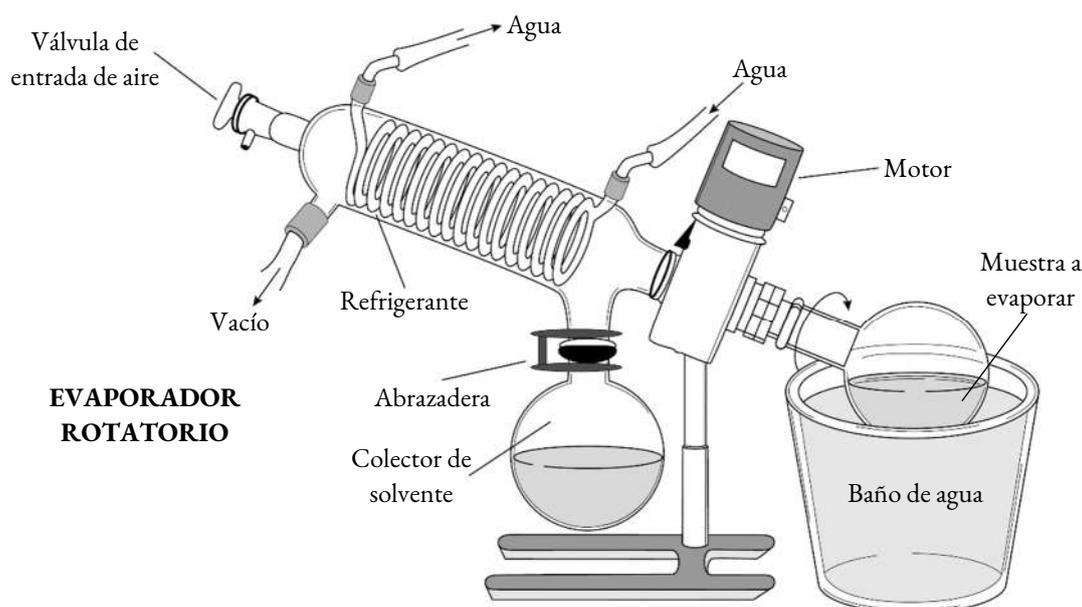
Extracción Soxhlet

1. Colocar 200 mL de etanol al 96% en un balón de fondo plano de 500mL con boca esmerilada. Agregar una pastilla de agitación.
2. Ensamblar el equipo de extracción según el diagrama adjunto. La muestra de pimienta colocada en el cartucho de celulosa se coloca dentro de la cámara de extracción. La fuente de calor a utilizar será una plancha calefactora con agitador magnético. El equipo debe ajustarse a un soporte con la ayuda de pinzas de sujeción.
3. Conectar la entrada de agua del refrigerante y encenderla plancha y el agitador.
4. Permitir que el solvente en el balón llegue a ebullición y ascienda por el equipo hasta el refrigerante, donde condensará sobre la muestra. Continuar este proceso hasta que la cámara de extracción se llene de solvente. Al llegar a la altura en que el sifón cambia de dirección la cámara se vaciará de solvente y el proceso empezará de nuevo. Durante el tiempo de extracción se completarán varios de estos ciclos.
5. Continuar el proceso por al menos dos horas, hasta que se complete un ciclo.
6. Apagar la fuente de calor (no el agitador), permitir que el equipo se enfríe, desensamblarlo y reservar el balón con el extracto.



Eliminación del solvente

1. Transferir el extracto a un balón de fondo redondo.
2. Ensamblar el evaporador rotatorio según el siguiente esquema:



3. Acoplar el balón con la muestra a la boca esmerilada del evaporador y sujetarlo con una pinza para evitar que caiga al baño de agua.
4. Abrir el agua del refrigerante y encender el motor que hace girar el matraz. Regular la velocidad de giro para que no haya proyecciones del líquido dentro del matraz.
5. Encender la bomba de vacío y cerrar la válvula de entrada de aire.
6. Bajar el montaje de manera que el balón con la muestra quede sumergido en el baño de agua hasta el nivel del líquido en su interior. Encender el baño de agua y calentar hasta la temperatura mínima necesaria para conseguir la evaporación del disolvente.
7. Continuar evaporando hasta que el volumen del extracto disminuya hasta aproximadamente 20 mL.
8. Levantar el montaje para quitar el balón del baño de agua, abrir con cuidado la válvula de entrada de aire, detener el motor y retirar el balón con el extracto. Posteriormente, apagar la bomba de vacío, la calefacción del baño de agua y la circulación de agua del refrigerante.

Separación de la piperina

1. Transferir el extracto a un vaso de bohemia de 100 mL.
2. Preparar una solución disolviendo 1 g de hidróxido de potasio en 10 mL de etanol al 96% y agregarla al extracto. Mezclar por aproximadamente 15 minutos.
3. La mezcla resultante debería ser homogénea. De haber sólidos en suspensión filtrarla por gravedad.
4. Agregar agua destilada al extracto poco a poco. Se observará la aparición de un precipitado, la piperina. El agregado de hidróxido de potasio realizado anteriormente elimina la interferencia de las ceras y los aceites extraídos por el etanol en este proceso, ya que éstos reaccionan con el hidróxido de potasio para convertirse en sustancias solubles en agua.
5. Continuar agregando agua hasta que no se observa más precipitación.
6. Separar el precipitado mediante filtración al vacío. Mantener el vacío durante algunos minutos para eliminar la mayor cantidad de solvente posible por arrastre de aire. Obtenemos así piperina cruda.

Purificación de la piperina por recristalización

1. Colocar acetona en un vaso de bohemia y calentarla a ebullición en una plancha calefactora.
2. Transferir la piperina cruda a un vaso de bohemia pequeño y disolverla en la mínima cantidad posible de acetona hirviendo. Calentar la solución en la plancha hasta que llegue al punto de ebullición.
3. Quitar el vaso de bohemia con la solución de la plancha, taponarlo con un vidrio reloj y dejarlo enfriar lentamente. Al enfriar, la piperina debería cristalizar en forma de agujas de color amarillo claro. De no ocurrir esto envolver el conjunto del vaso de bohemia con el vidrio reloj en papel film y llevar a heladera.
4. Separar los cristales mediante filtración al vacío, colocarlos en un vidrio reloj y llevar a desecador. Una vez secos transferirlos a un vial (previamente masado) y medir la masa de cristales obtenidos.

GUÍA PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS

1. A partir de la masa de cristales de piperina obtenidos y de la masa de pimienta puesta a extraer, calcule el porcentaje de la masa de muestra al que corresponde la masa de piperina extraída.
2. Compare el valor calculado anteriormente con valores teóricos de contenido de piperina en pimienta blanca. En caso de existir diferencias, comente causas que puedan haberlas provocado (sean errores o dificultades al realizar los procedimientos o los procedimientos propiamente dichos).