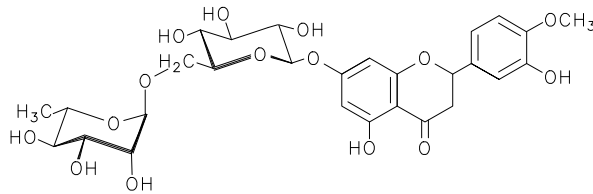


## 12.6. Hesperidin

### 7-[[6-O-deoxy- $\alpha$ -L-mannopyranosyl-b-D-pyranosyl]oxy]-2,3-dihydro-5-hydroxy-2-(3-hydroxy-4-methoxyphenyl)-2S-4H-1-benzopyran-4-on

Aufgabe: Extraktion aus Orangenschalen



Ansatz: 50,0 g Orangenschalen  
400 ml Dichlormethan  
400 ml Methanol  
40 ml Dimethylsulfoxid  
Essigsäure

Vorschrift: Die getrockneten und zerkleinerten (z.B. Kaffeemühle) Orangenschalen werden in die Hülse einer Extraktionsapparatur nach Soxhlet gegeben und 12 Stunden mit Dichlormethan bei kräftigem Rückfluß extrahiert. Nachdem der Dichlormethanextrakt verworfen wurde, werden die Orangenschalen zur Entfernung des Dichlormethans an der Luft im Abzug getrocknet und anschließend 3 Stunden mit Methanol extrahiert. Der Methanolextrakt wird im Rotationsverdampfer bis zur Sirupkonsistenz eingeeengt. Der Rückstand wird in 25 - 35 ml 6 %-iger Essigsäure aufgenommen. Es bildet sich ein Niederschlag, der abfiltriert, mit 6 %-iger Essigsäure gewaschen und im Trockenschrank bei 60 °C getrocknet werden soll. Der Schmelzpunkt des Roh-Hesperidins liegt zwischen 235 und 245°C. Zur Reinigung wird eine ungefähr 5 %-ige Lösung des Roh-Hesperidins in Dimethylsulfoxid unter Rühren und Erwärmen auf 60 - 80°C hergestellt und danach langsam das gleiche Volumen Wasser hinzugefügt. Beim Abkühlen auf Zimmertemperatur fällt das Hesperidin aus. Die farblosen Kristalle werden abfiltriert und mit wenig heißem Wasser und Isopropanol gewaschen.

Bemerkungen:

(1) Die Reinheit des isolierten Hesperidins und sein Vorkommen in den verschiedensten Extrakten wird wie folgt dünnschichtchromatographisch überprüft: Silicagelfolien; Laufmittel: Oberphase von 1-Butanol/Eisessig/Wasser (40: 10: 50); Detektion: Jodkammer bzw. UV-Licht nach Besprühen mit Aluminiumchlorid-Lösung (1,0g AlCl<sub>3</sub> x 6 H<sub>2</sub>O werden 50 ml 5 %-iger methanolischer Essigsäure gelöst).

Literatur: Stahl und Schild, *Isolierung und Charakterisierung von Naturstoffen* Fischer-Verlag, Stuttgart **1986**, 1.Auflage, 102 - 104

Produkt: Hesperidin [3',5,7-Trihydroxy-4'-methoxyflavanon-7-( $\beta$ -L-Rhamnosido-6- $\beta$ -D-glucosid)]: Schmp.: 261°C (Zers.)

Ausbeute: ca. 1,0 g (der Hesperidingehalt der Orangenschalen liegt zwischen 5 und 8%)

### Mechanismus:

Extraktion eines Naturstoffes aus pflanzlichem Material nach vorheriger Entfernung von etherischem Öl

Gefährdung: Methanol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Dichlormethan ist gesundheitsschädlich (Xn), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit dem menschlichen Körper vermeiden. Essigsäure wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen, Haut und Kleidung vermeiden. Methanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

### Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen

Abzug schließen

Entsorgung: Dichlormethan in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Ethanol und Dimethylsulfoxid in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Essigsäure Lösungen in Sammelbehälter für anorganische Säuren.

### Betriebsanweisung

#### 1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Hesperidin	610,57	262				
Dichlormethan	84,93	-97	40	Xn	H351	P201, P202, P281, P308+P313, P405, P501
Methanol	32,04	-98	64,6	T, F	H225, H301, H311, H331, H370	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Dimethylsulfoxid	78,13	17-19	189			
Essigsäure	60,05	15-16	118	C	H226, H314	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, 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
Hesperidin							
Dichlormethan	ADKL	BHK	KW	WA	L	WKA	CSchP
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch

Dimethylsulfoxid	DTL	BK	WK	WA	L	WKA	SchPW FeuerlöscherK, P, W
Essigsäure	ADL	BK	WK	WA	LA	WA	WCSchP

### **Kürzel**

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO <sub>2</sub> -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlufzt zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlamm-trinken