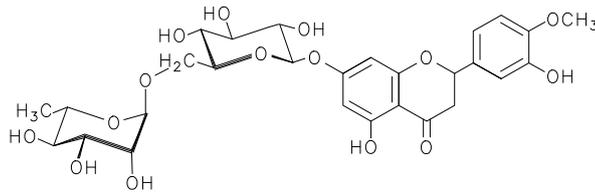


12.6. Hesperidin

7-[[6-O-deoxy- α -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 AlCl₃ x 6 H₂O 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-(β -L-Rhamnosido-6- β -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 ₂ -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 |