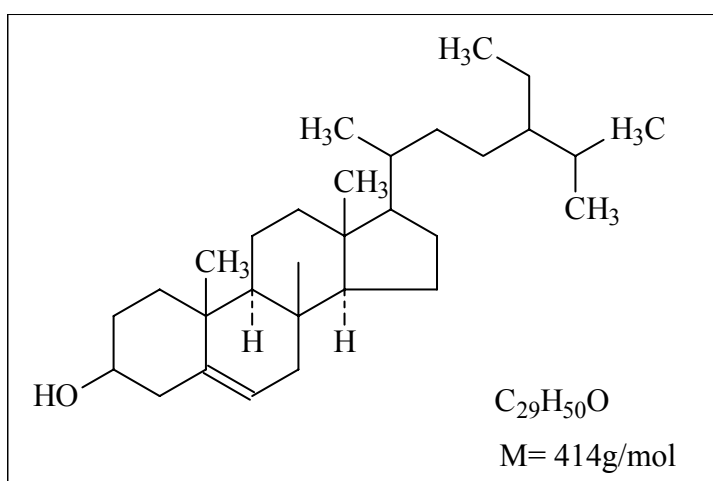


Isolierung von β -Sitosterin aus Maiskeimöl

Naturstoffextraktion

Präparat 6

1. Strukturformel von β -Sitosterin



2. Prinzip der Isolierung

Die Triglyzeride des Maiskeimöls werden mit alkoholischer KOH verseift. Die entstehenden Verseifungsprodukte sind wasserlöslich, so dass das β -Sitosterin durch Extraktion mit Ether von ihnen abgetrennt werden kann. Anschließend wird aus Ethanol umkristallisiert.

3. Durchführung

50 g Maiskeimöl wurden in einem 250 ml-Rundkolben mit 100 ml einer 20%igen alkoholischen Kaliumhydroxidlösung 2 Stunden unter Rückfluss gekocht. Danach wurde der Alkohol unter vermindertem Druck abrotiert und der Rückstand in einen 2000 ml-Scheidetrichter mit 700 ml destilliertem Wasser als Spülflüssigkeit und 10 ml Ethanol überführt. Anschließend wurde die Flüssigkeit dreimal mit insgesamt 800 ml Ether extrahiert, wobei jeweils 10g NaCl zur Zerstörung der Emulsion zugegeben wurden. Dennoch trat die Phasengrenze jeweils erst nach etwas einer Stunde ein. Die Etherphasen wurden vereinigt und mit 200 ml einer 0,4 %igen NaOH-Lösung gewaschen, wobei die Phasentrennung wiederum erst nach einiger Zeit zustande kam. Dann wurde die etherische Phase solange mit destilliertem Wasser gewaschen, bis das Waschwasser nicht mehr alkalisch war. Nach

Trocknen der Lösung über NaSO₄, wurde sie nach und nach am Rotationsverdampfer bis zur Trockne eingengt. Durch Umkristallisieren aus Ethanol wurden farblose Kristalle von β -Sitosterin gewonnen, welche im Exsikkator getrocknet wurden.

Ausbeute:

Erwartete Ausbeute^[1]: 250-300 mg

Erzielte Ausbeute: 140 mg

4. Physikalische Daten des Produktes:

Schmelzpunkt:

Literaturwert^[1]: 139-140 °C (aus Ethanol)

Gemessener Wert: 138 °C (aus Ethanol)

5. Auswertung des IR-Spektrums (Wichtige Banden)

Messwerte (siehe beiliegendes Spektrum):

Wellenzahl in cm ⁻¹	Schwingungstyp
3420	-O-H-Valenz
2960-2850	-CH ₃ -, -CH ₂ -, -CH- Valenz
1460	-CH ₃ - und CH ₂ -Deform.
1370	-CH ₃ - Deform.
1050	-C-O-Valenz
800	-C-H-Deform.

Literaturwerte^[1] (siehe Vergleichsspektrum):

Wellenzahl in cm ⁻¹	Schwingungstyp
3420	-O-H-Valenz
2980-2850	-CH ₃ -, -CH ₂ -, -CH- Valenz
1460-1440	-CH ₃ - und CH ₂ -Deform.
1380 und 1375	-CH ₃ - Deform.
1060 und 1050	-C-O-Valenz
836 oder 800	-C-H-Deform.

6. Abfallentsorgung:

Der abrotierte Ether wurde im Behälter für halogenfreie Lösungsmittel entsorgt.

Literatur:

- [1] Stahl, E; Schild, W.:
Isolierung und Charakterisierung von Naturstoffen
Stuttgart, New York: Fischer 1986, S. 156-158