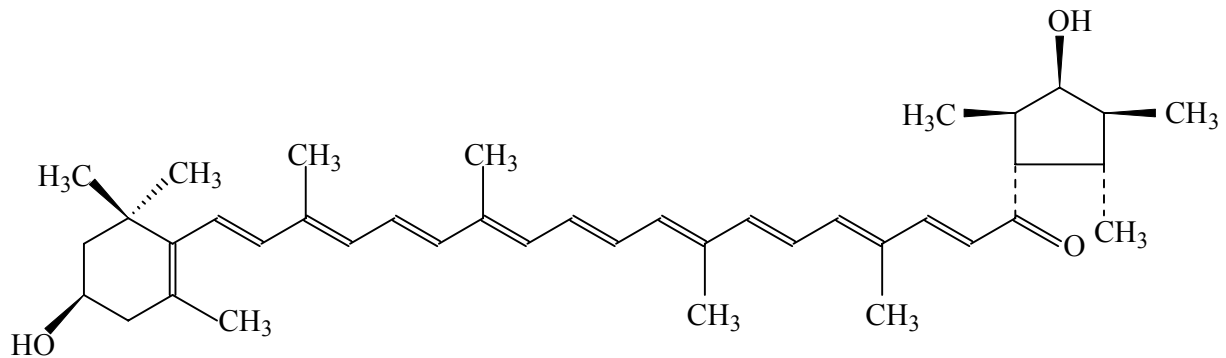


Isolierung von Capsanthin aus Edelsüß-Paprika (1)

Präparat 6

1. Reaktionstyp: Mazeration und säulenchromatographische Trennung zur Isolierung eines Naturstoffes

2. Formel von Capsanthin:



R- und S-Sätze der im Versuch verwendeten Chemikalien:

1. Petrolether 40/60
 - F (leichtentzündlich), Xn (gesundheitsschädlich)
 - R 11-52/53-65
 - S 9-16-23.2-24-33-62
2. Ether
 - F+ (hochentzündlich), Xn (gesundheitsschädlich)
 - R 12-19-22-66-67
 - S 9-16-29-33
3. Dichlormethan
 - Xn (gesundheitsschädlich)

3. Durchführung der Reaktion:

3.1. Berechnung des Ansatzes

Der Ansatz sollte gemäß der Literatur-Vorschrift aus dem Stahl-Schild gewählt werden, d.h. es sollte von 100 g Paprikapulver ausgegangen werden. Bei einem unge-

fähren Gehalt von 0,05-0,1 % Capsanthin in diesem Pulver soll eine Ausbeute von 10 mg erzielt werden.

3.2. Durchführung

100 g Paprikapulver „Edelsüß“ werden in 250 ml Ether vier Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Über einen Büchnertrichter wurde abgesaugt und der Rückstand mit 100 ml Petrolether (40/60) gewaschen. Die Lösung wurde mit 600 ml Ether aufgefüllt, mit methanolischer Kaliumhydroxid-Lösung versetzt (100 ml, 30%) und über Nacht (ca. 15 Stunden) gerührt. Im Scheidetrichter, in den diese Lösung gefüllt wurde, wurden zwei Pipetten Wasser hinzugegeben, bis eine Phasentrennung zu erkennen war. Nach Verwerfen der methanolischen Phase wurde die etherische Phase mit 50 ml Wasser gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet und schrittweise am Rotationsverdampfer auf 20 ml eingeeengt. Nach Versetzen der Lösung mit 50 ml Petrolether (40/60), wobei sich schon sofort erste Kristalle bildeten, wurde der Kolben zum vollständigen Auskristallisieren des Rohcapsanthins über das Wochenende im Kühlschrank aufbewahrt.

In einer mit ca. 150 g Kieselgel gefüllten Chromatographiesäule (Länge 80 cm, Innendurchmesser: 2 cm) wurde das Rohcapsanthin getrennt. Dazu wurde das Rohcapsanthin in 20 ml Dichlormethan gelöst auf die Säule gegeben. Elutionsmittel war zuerst Dichlormethan (200 ml) bis die erste farbige Fraktion das Säulenende erreicht hatte, dann ein 50/50-Gemisch aus Dichlormethan und Essigsäureethylester (1800 ml). Über einen Fraktionssammler wurden die Fraktionen (ca. 12 ml) automatisch gesammelt.

Die Überprüfung des Verlaufes der säulenchromatographischen Trennung erfolgte mit Hilfe der Dünnschicht-Chromatographie: Von jeder zweiten aufgefangenen Fraktion wurde eine Probe genommen. Zudem wurde auf jede DC-Platte eine Probe des in die Säule gegebenen Rohcapsanthins gegeben und zusätzlich eine Probe einer methanolischen Koffein-Lösung, deren fluoreszenzmindernde Zone knapp unter der roten Zone des reinen Capsanthins liegen muß. Das Fließmittel war hier ein Gemisch aus Dichlormethan und Essigsäureethylester im Verhältnis 80:20, die Laufstrecke betrug ca. 8 cm.

Die Fraktionen, bei denen über die DC-Kontrolle das Vorliegen der reinen Verbindung festgestellt werden konnte, wurden am Rotationsverdampfer zur Trockne ein-

geengt. Auf das Umkristallisieren aus Schwefelkohlenstoff ist im Versuch auf Rat der Assistenten verzichtet worden.

Ausbeute: sichtbare Menge im Kolben, die gewichtstechnisch mit der im Labor zur Verfügung stehenden Waage nicht bestimmt werden konnte, für die Aufnahme eines IR-Spektrums aber ausreichte (und dabei draufging).

4. Physikalische Daten des Produktes

Der Schmelzpunkt der im Versuch gewonnenen Substanz konnte mangels Masse nicht bestimmt werden.

5. Spektrenauswertung

Ein IR-Spektrum der Substanz liegt vor, die wichtigsten Banden sind die im Folgenden aufgeführten:

Nr.	Wellenzahl in cm ⁻¹	Zuordnung	Schwingungsart
1	3400	O-H	O-H-Valenzschwingung
2	3020	olef. Doppelbindung	C-H-Valenzschwingung
3	2950-2850	-CH ₃ , CH ₂ , CH	C-H-Valenzschwingung
4	1660	C=O, konj.	C-O-Valenzschwingung
5	1580, 1550, 1510	C=C (konj.)	C=C-Valenzschwingung
6	1450	-CH ₃	C-H-Deformationsschwingung
7	1250	C-C	C-C-Deformationsschwingung in Ketonen
8	1050	C-O	C-O-Deformationsschwingung

6. Abfallentsorgung

- Der Drogenrückstand des Paprikapulvers wurde im Behälter „organische Feststoffe“ entsorgt.
- Die wäßrig-methanolische Lösung wurde im Behälter „Kohlenwasserstoffe, OH⁻“ entsorgt.
- Der mit dem Rotationsverdampfer abgezogene Ether und der Petrolether wurden im Behälter „Kohlenwasserstoffe, halogenfrei“ entsorgt.

- Dichlormethan und das Dichlormethan-Essigsäureethylester-Gemisch wurden im Behälter „halogenierte Kohlenwasserstoffe“ entsorgt.

7. Literatur

- (1) Egon Stahl/Werner Schild, Isolierung und Charakterisierung von Naturstoffen, Gustav Fischer Verlag, Stuttgart, New York 1986, S.65 ff.