

1. 目的

物質の単離(混合物から 1 つの物質を取り出すこと)、精製および確認する方法を、例として茶葉からのカフェインの抽出を取り上げて学習する。あわせてその結晶成長を観察すると同時に、紫外吸収スペクトルを測定し、スペクトルと構造との関連を調べる。

2. 原理

カフェインは、茶葉中に 1~5%、コーヒー豆に 0.8~1.75%含まれる。主な用途は医療用であり、利尿、強心、中枢神経興奮の薬効が有る。

紫外吸収スペクトルは、電子のエネルギー準位間の遷移によるものである。通常ではエネルギー準位の最も低い基底状態にある電子が、紫外線や可視光線を吸収してエネルギー準位の高い励起状態に移る。したがって、これらの紫外・可視スペクトルは分子の電子状態を知る手がかりとなる。

3. 実験方法

(ア) 実験 1 カフェインの抽出

茶葉 5.0g を電子天秤で量りとりビーカー(300mL)に入れた。

水道水 75mL をメスシリンダー(100mL)で量りとりそのビーカーに加えた。

そのビーカーをバーナーで加熱し、泡立った状態で 10 分間加熱し続けた。

ろ紙を水で密着させたブフナーロートにそのビーカー(300mL)の内容物を入れて、吸引ポンプを使って吸引ろ過をした。そのとき、ビーカーに残った茶葉を少量の水ですすぎあわせてろ過した。ブフナーロートに残った茶葉は廃棄した。ろ液の色は薄茶色であった。

吸引瓶内の溶液を洗ったビーカー(300mL)に移し、電子天秤で量りとった水酸化カルシウム 2.0g を加えた。

そのビーカーを加熱し沸騰状態で 3 分間維持した。

ろ紙を水で密着させたブフナーロートにビーカー(300mL)の内容物を入れて、吸引ポンプを使って吸引ろ過をした。その時ビーカーに残った沈殿を熱湯ですすぎ加えてろ過した。また、ブフナーロートに残った物は廃棄した。ろ液の色は赤茶色で、沈殿の色は茶色であった。

吸引瓶内の溶液をよく洗ったビーカー(300mL)に移した。

沸騰するまで加熱して凝縮し、蒸発乾固寸前で止めた。

そのビーカーにエタノール 15mL をメスシリンダー(100mL)で量りとり加えた。

そのビーカーをガラス棒で沈殿を砕きながら蒸気浴で加熱した。

エタノールの蒸気が出始めたところで、活性炭を菓さじの小さい方で 1 さじ量りとり加え、よく攪拌した。

そのビーカー(300mL)の内容物をろ紙を乾いたままつけたロートに注ぎ、ビーカー(100mL)で受けた。ビーカー(300mL)内に残った固体を微量のエタノールで洗い、加えてろ過した。すると、ろ液は赤みがあった黄色をしていた。

溶液を受けたビーカー(100mL)を、蒸気浴で加熱し、約 5mL まで濃縮した。

その溶液 1 滴をガラス棒でスライドグラスに取り、結晶生成の様子を顕微鏡で観察した。

ビーカー(100mL)の加熱はそのまま続け、蒸発乾固させた。最終的に色は完全に固形に成っている部分は白色、周囲のドロドロしている部分は黄色になっていた。

(イ) 実験 2 カフェインの確認

実験 1 で抽出したカフェインの粗結晶を耳かき 1 杯ほどとり試験管に入れた。

10%KI 溶液を 2 滴試験管に落として溶かした。

これに硝酸ビスマス溶液を 1 滴加えた。

(ウ) 実験 3 紫外吸収スペクトルの測定

実験 1 で抽出したカフェインを別室に持って行き、担当職員に試料を調整してもらった。

測定法マニュアルに従い紫外可視分光光度計を用いて、スペクトルを取った。

4. 実験結果とその考察

(ア) 実験 1 カフェインの抽出

カフェイン結晶の顕微鏡観察の様子。下の図 1、図 2、図 3 に観察した様子を示す。



図 1 7mL まで濃縮した時の結晶の様子(300 倍) 図 2 5mL(300 倍) 図 3 5mL(75 倍)

結晶生成の観察結果を述べる。滴下直後は液体中に粒状の点が見えるだけだった。次第に針上の結晶が生成し始め最終的に図 1、図 2 の通りの大きさまで成長した。7mL と 5mL の時を比較すると、同じ倍率で長さが 10 倍近くになっている。濃度によって波長される結晶の大きさにかなりの差があることが分かった。

(イ) 実験 2 カフェインの確認

実験を行ったところ、橙色沈殿が確認された。

(ウ) 実験 3 紫外吸収スペクトルの測定

紫外可視分光光度計による分析結果を最後に添付している。(図 4)

実験によって得られた透過光の波長と吸光度との関係を基礎科学実験 B のテキスト 54 ページの図 5.2 カフェインの標準スペクトルと比較する。

まず、2 つのスペクトルを大まかに比較してみる。概形自体は一致しているように見える。だが、標準スペクトルでは 300nm 以上の波長で吸光度はほぼ 0 であるのに対して、実験から得たスペクトルでは波長 300nm でも吸光度 0.2 程度が確認されている。これは実験中に何か他の物質が混在してしまったためであると考えられる。

次に、細部を比較検討してみる。

標準スペクトルにおいては、吸光度のピークはピーク番号 1 波長 272nm 吸光度 0.490、ピーク番号 2 波長 205nm 吸光度 1.310 となっている。その一方、実験によって紫外可視分光光度計とその操作機器によるピーク解析で検出されたピークは波長 274nm のとき吸光度 0.5115 のみである。だが、標準スペクトルにおけるピーク番号 2 の値も解析の結果で表示された訳ではないが実験によるスペクトルを見る限りその辺りにもピークが存在するように見受けられるので、この違いは解析の精度の問題であろう。さて、数値で表されるピークが番号 1 のみであるので、その値の比較を行う。波長が 2nm 異なっているがそれを無視して値を比較すると、実験によるスペクトルのピークの吸光度 0.5115 は標準スペクトルによる吸光度の値 0.490 に対して、104%の値である。この誤差の原因であるが、2 つのスペクトルを比較すると、概形は似ているが、実験によるスペクトルは標準スペクトルに対して全体的に上にずれているように見受けられる。よって、測定した波長に対して、ある程度の吸光度を示す何らかの物質が混入しているのではないかと考えた。

5. 反省・感想

反省点を述べる。今回の実験はビーカーをバーナーで加熱することで水を蒸発させ、カフェインを蒸発乾固させ抽出することが目的であった。だが、私は最初バーナーの火力をあまりあげていなかった。途中で気がつき火力を上げたが、この差が実験終了までの時間をかなり伸ばしてしまった。ビーカーの内容液がなかなか減らないことで焦ってしまい、実験の些細な点に目が向いていなかった可能性があり何をやる実験なのかということを確認し理解している事の大切さに気がついた。