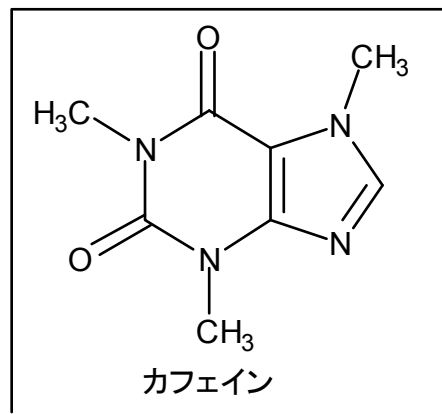


茶葉からのカフェインの抽出と精製

カフェインは 1820 年 Runge によりコーヒー豆から初めて抽出されました。茶葉には 1~5%、コーヒー豆には 1~2%、チョコレートの原料であるカカオ豆には約 1% 含まれています。現在カフェインは、天然物からの抽出や、合成によって得られています。カフェインは中枢興奮剤・強心剤として用いられ、またビスマス、アンチモンを検出薬としても



用いられています。カフェインは熱湯に溶けやすいので、ここではカフェインを茶葉から熱水で抽出し、もう一つの重要な成分であるタンニンを除いた後、更にクロロホルムで抽出、昇華という過程を経て精製します。

カフェインの性質： 無色柱状結晶（昇華により精製）、にが味がある
融点 238 °C、昇華点 178 °C、溶解度：2 g/水 100 g (25 °C)
144 g/水 100 g (100 °C), 12.3 g/CHCl₃ 100 g (25 °C)

実験（実験操作の詳細については、当日詳しく説明します。）

- ① 300 ml のビーカーに茶袋に入れた茶葉 20 g と水 150 ml を入れ、ガラス棒でかき混ぜながら 10 分間煮沸した後、茶袋を取り出し、室温まで冷やす（茶葉からのカフェインの抽出）。この時点で、溶液に茶葉が多く残っている場合は吸引ろ過により取り除く（注1）。
- ② この溶液に飽和酢酸鉛水溶液を新たなタンニン酸鉛の沈殿が生じなくなるまでかき混ぜながら加える（タンニン酸鉛の除去）（注2）。吸引ろ過により沈殿を除去し、ろ液を 300 ml のビーカーに移し、3 M 硫酸を上澄み部に新たな硫酸鉛の白色沈殿が生じなくなるまで加え（中和）、吸引ろ過により沈殿を除去する。このろ液を 300 ml のビーカーに移し沸騰石を 1 片入

れ、セラミック板上で加熱して溶液が約 10 ml になるまで濃縮する。

- ③ 室温まで冷却した後、分液漏斗に移し、水層からカフェインをクロロホルム 10 ml で抽出する。水層に 10 ml のクロロホルムを加えてもう一度抽出を行い、先のクロロホルム溶液と合わせる（クロロホルムによる水層からのカフェインの抽出、クロロホルムに溶けにくい不純物の除去）（注 3）。このクロロホルム溶液を再び分液漏斗に移し、水 20 ml でクロロホルム溶液を洗浄する。このクロロホルム溶液をエバポレーターを用いて濃縮する。
- ④ フラスコ内の残留物を熱水 2 ml で溶かし、時計皿にあける。ビーカーに温水を入れ加熱沸騰させ、この上に時計皿をのせて加熱すると、カフェインの粗結晶が得られる。
- ⑤ アルミホイルを敷いた蒸発皿の中央にカフェインの粗結晶をのせ、図 3 のように乾いた漏斗をかぶせ、セラミック板上でガスバーナーを用いてゆるやかに加熱すると漏斗の内側にカフェインの美しい無色針状結晶が生成する（昇華法による精製）（注 4）。
- ⑥ 結晶の重量を測定した後、カフェインの結晶は配布したサンプル管に入れ、持ち帰る。実験が成功していれば、精製できているものと思われませんが、有害な不純物が完全に除けているという保証は無いので、口には入れず、においを嗅ぐ程度にとどめてください。

（注 1）吸引ろ過は図 1 のようにブフナー漏斗を吸引びんにゴム栓で接続し、さらにこの吸引びんを肉厚のゴム管でアスピレーターにつないで行う。ブフナー漏斗にはその直径よりわずかに小さいろ紙を入れ、その上に少量の水をたらし、ろ紙を漏斗に密着させ、水に溶いたセライトをひいた後、反応混合物を注ぐ。ろ過終了後、吸引びんにつないだゴム管を外してから、アスピレーターを止める。

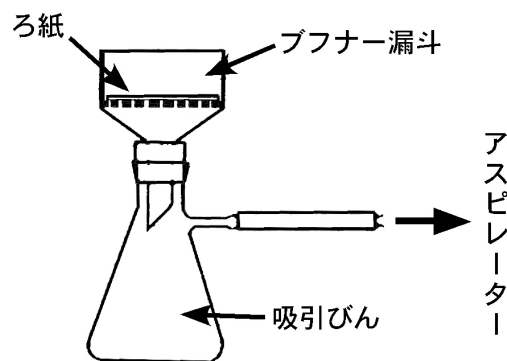
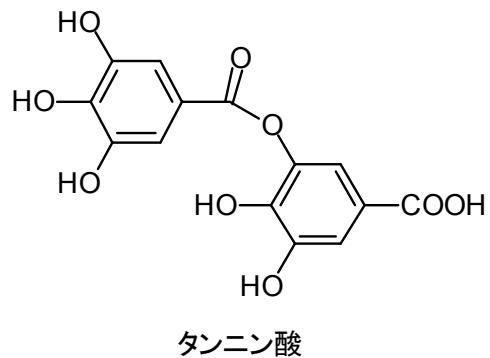


図 1

(注2) タンニン酸は、可溶性タンニン(タンニンは、広く植物界に分布する多数のフェノール性ヒドロキシル基をもつ複雑な芳香族化合物の総称)の加水分解で得られる融点 285 °C の結晶で、にが味があり、止血剤、インキ製造などに使用される。



(注3) 分液漏斗を用いた抽出は以下のように行う(図2)。下のコックを閉じた分液漏斗に水溶液を移す。また、2液を混和するとき発熱して蒸気圧が高まったり、ときには特定のガスが発生したりすることがあるので、栓をしたら手で押さえて逆さにして球部と管部の境のコックを静かに開けて内部の圧力を常圧に戻してから、再びコックをしっかりと閉じて、



図2

両手で分液漏斗を持って振り、時々振るのをやめて、前のようにコックを開けて、内外の圧力が等しくなるようにする。よく振って最後にもう一度コックを開いて気圧を合わせて再びコックを閉じてから正常の位置に戻し、静かに上部の栓をまわして漏斗の頸部の穴と栓の穴とを合わせて内部と外部が通じるようにして静置する。2液が完全に分離したら下のコックを静かに開いて、下のクロロホルム層を他の容器に受ける。

(注4) アルミホイルと蒸発皿の間に隙間がないようにアルミホイルを敷く。急に加熱すると炭化して黒くなってしまうので注意(図3)。

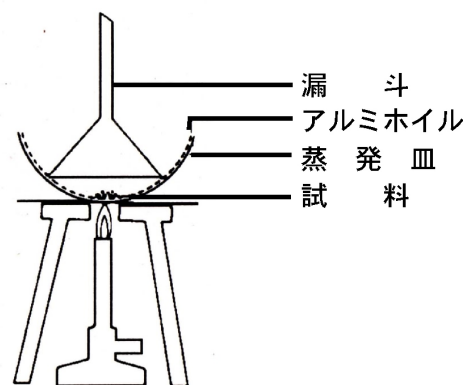


図3