【関西】

科学部交流会

2022/3/31

於：灘校化学研究部

● 挨拶

コロナ禍で他校の方との交流をすることが難しい状況が続いているなか、このような交流会の場を設けて、みなさんとお会いできることを心よりうれしく思っております。また、この交流会を企画してくださった高田高校科学部化学班の尾﨑さんには、この場を借りて感謝申し上げます。ありがとうございました。短い時間ではございますが、この交流会がお互いにとって実りあるものになれば幸いです。

灘校化学研究部部長　梅田英輔

● 交流会参加校一覧

伊勢高校 SSC 生物部

栄光学園物理部物理地学班

大手前高校理科学研究部

熊本高校化学部

済々黌高校生物部

高田高校科学部化学班

天王寺高校化学研究部

灘校化学研究部

西大和学園科学部

三国丘高校天文部

● スケジュール

■開会（12:30）

1. 演示実験（12:40~13:00）
2. 灘校化研の設備紹介（13:00~13:30）
3. カフェインの抽出実験（13:30~14:20）
4. 過去の実験の紹介（14:20~14:50）
5. ビスマス結晶の作り方講座（14:50~15:20）
6. Google Meet でオンライン交流会（15:30~）
7. 灘校案内

■閉会（16:30）

● 諸注意

1. 実験室内での注意

実験室には多くの実験機材などが置いてありますが、安全のため部員の許可なしにはお手を触れないようお願いします。

2. 実験中の注意

実験中には実験をしている人に近づきすぎないようにしてください。

カフェインの抽出実験

1.1　カフェインの抽出

カフェインは緑茶や紅茶、コーヒーなどに含まれる精神刺激剤である。テスト前などはお世話になっている人も多いと思うが、カフェインそのものを目で見たことがある人はほとんどいないと思われるので、今回は紅茶のティーバッグからカフェインを抽出してみようと思う。

1.2　純度の高いカフェインを得るには

前述の通り、紅茶からカフェインを抽出するのだが、紅茶にはカフェイン以外にも、タンニン中心とするカテキン類やアミノ酸などが多く含まれている[1]。純度の高いカフェインを得るためには、これらを取り除く操作をする必要がある。

・　タンニンを取り除く

タンニンは金属イオンと強く反応し、難溶性の塩を形成する。カフェインにはこのような性質がないので、金属イオンを紅茶溶液に加えることで、タンニンのみを取り除くことができると考えられる。

成分	割合(%)
タンニン	14.3
カフェイン	3.3
総アミノ酸	1.6

『日本食品科学工学会誌 Vol.59 12 種類の紅茶成分』より引用

・　アミノ酸を取り除く

カフェインの各種溶媒への溶解度は右の通りである。カフェインは常温では有機溶媒であるクロロホルムに溶けやすいのに対し、アミノ酸はほとんどの有機溶媒に難溶であるので、紅茶溶液とクロロホルムで分液操作をすることで、カフェインのみが有機溶媒側に移動すると考えられる。

溶媒(25℃)	溶解度(% w/w)
水	2.2
水(100℃)	66.7
アルコール	1.2
クロロホルム	18.0
アセトン	2.0
ベンゼン	1.0

引用元：https://www.researchgate.net/publication/261550337

[1] 緑茶を用いてカフェイン抽出実験をする場合は、緑茶には紅茶と異なり、クロロフィルが多く含まれているため、シリカゲルなどの吸着剤を使って取り除く必要がある。

1.3　使用する試薬

・紅茶のティーバッグ
・酸化マグネシウム
・クロロホルム
・無水硫酸マグネシウム
・アセトン
・ヘキサン

1.3　使用する器具

・ビーカー
・三角フラスコ
・ナスフラスコ
・吸引ろ過器
・ガラス漏斗
・分液漏斗
・ロータリーエバポレーター
・ウォーターバス
・分光光度計

1.4　実験の流れ

1. 熱湯によって紅茶の成分を抽出する。
2. 紅茶の成分のうち、余分なタンニンを取り除く。
3. カフェインを有機溶媒に溶けださせる。
4. 乾燥剤を用いて、カフェインの溶けだした有機層から水分を取り除く。
5. 自然ろ過によって、5 で加えた乾燥剤を取り除く。
6. 減圧蒸留し、溶媒を取り除く。
7. 再結晶によって、カフェインの純度を高める。
8. 分光光度計を用いて、カフェインの存在を確かめる。

1.5　実験手順

1. ティーバッグ 10 個をビーカーに入れ、熱湯を 100mL 程度注ぎ、濃い紅茶の溶液をつくる。

2. 1 の溶液を三角フラスコに移し、吸着剤の酸化マグネシウム[2]を適量入れ、よくかき混ぜる。その後、吸着剤を除去するために吸引ろ過を行う。

3. 2 のろ液を十分に冷ましたのち[3]、スタンドに立てた分液漏斗に入れる[4]。さらに、有機溶媒であるクロロホルムを 50mL 加える[5]。漏斗の口周りに開いている穴と、栓の溝をずらした状態で倒立し、静かに回すようにかき混ぜる。内圧が上がるので、途中でコックを一度開けてガス抜きをし、再びコックを閉めてかき混ぜる。これを 2,3 回繰り返す。その後、漏斗をスタンドに固定し、水層と有機層が完全に二層に分かれるまで静置する[6]。このとき、漏斗の上の栓は外すか、穴と溝を揃えて栓をし、内圧が高くならないように注意する。

4. 水層と有機層が完全に二層に分かれたら、漏斗の下に三角フラスコをセットし、コックを捻って有機層のみ取り出す。しかし、有機層にも若干の水分が含まれているので、乾燥材である無水硫酸マグネシウムを加えて水分を完全に除去する。

5. 4 の溶液をひだ折りろ紙を用いて、ガラス漏斗で自然ろ過[7]を行う。下にはナスフラスコ[8]を置いて受ける。このとき、次の操作での突沸を防ぐために、ナスフラスコの容量の半分以上溶液を入れないように気を付ける。

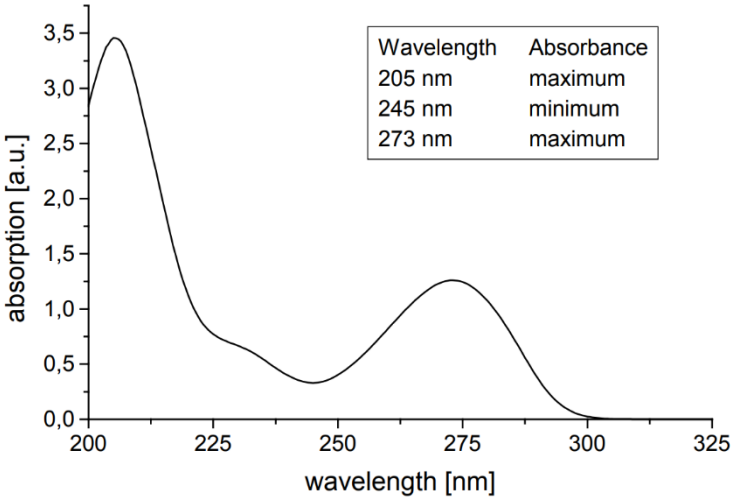
---

[2] マグネシウムイオンによって、タンニンを吸着除去する。
[3] 温度が高いとカフェインの水に対する溶解度が大きく、上手く有機層に移動しない。
[4] 分液漏斗の下のコックが閉まっていることを確認してから注ぎ入れる。
[5] クロロホルムは水より比重が大きいので、上が水の層、下がクロロホルムの層になる。
[6] 水層と有機層の間にエマルジョンが残っている状態では、次の操作に進めない。
[7] 減圧によってクロロホルムが蒸発することを防ぐために、吸引ろ過を用いないと考えられる。
[8] 後に計量するときのために、空の状態の重量を測定しておくことが好ましい。

6. 5 のナスフラスコをロータリーエバポレーターにセットし、ジョイントクランプ[9]をつけて減圧を開始する。ナスフラスコの半分くらいがお湯に浸かるように高さを調整し、突沸に気を付けながら減圧蒸留をする。回転数速度は 140~160rpm、湯浴の温度は 40~50℃くらいにする[10]。

7. ナスフラスコに残った混合物を、できるだけ少ない量のアセトン（良溶媒）で溶解させる。ここにヘキサン（貧溶媒）を少しずつ加えて飽和溶液を作成する。50℃前後のお湯に湯浴しながら溶かし、よく混ぜても白濁がみられるようになるまで、ヘキサンを加える。飽和溶液ができたら、溶液が室温に下がるまで空冷する[11]。

8. 7 で得られた結晶の 25mg/L 程度[12]の水溶液を用意し、分光光度計で吸収スペクトルを確認する。以下のようなスペクトルが確認できれば、精製されたものは確かにカフェインだと考えられる。



Agilent 製 Caffeine Standards Kit の分析証明書より引用

---

[9] ジョイントクランプはつけていなくても減圧している間はあまり問題はないが、常圧に戻したときにナスフラスコが外れて落下する可能性があるので、つけておいた方が良い。

[10] お湯はすぐに温まるが、冷却管は冷えるのに時間がかかるので、あらかじめ冷やしておくとよい。

[11] 急冷すると、不純物を取り込んだ状態で結晶化してしまう。

[12] 濃度が大きすぎて計測できない場合は、適度に薄めて計測し直す。