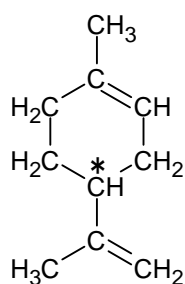


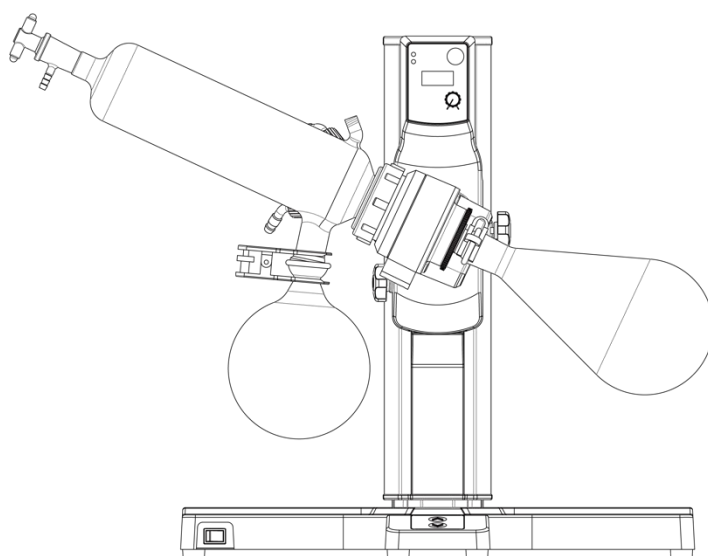
サイエンスチャレンジ

リモネンの分離

令和()年()月()日



リモネン



()年()組()番 名前()

1 分離する物質についての基礎知識

リモネン(limonene)(図1)は、柑橘類に含まれる代表的な単環式のモノテルペン*1である。常温常圧では無色透明の液体として存在する。不斉炭素原子を持ち、鏡像異性体が存在する化合物(キラル化合物)であり、強いレモン臭がするのはd-リモネン[(+)-リモネン]の方である。

リモネンは炭化水素系の物質(ゴムやプラスチック)を溶かす特性を持ち、それ単体あるいはスチレン樹脂を混合して、プラスチックモデル用の接着剤として利用される。また、洗剤や汚れ落とし、シールはがし用のスプレー等にも利用される。柑橘類系の芳香があるために香料としても利用されている。

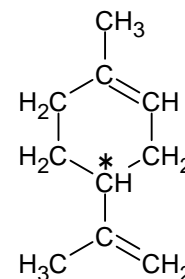


図1 リモネンの構造式
*は不斉炭素原子

*1 モノテルペン

イソプレン(図2)を構成単位とする化合物群の総称をテルペノイドという。モノテルペン(Monoterpene)は、テルペノイドの分類の1つで、2つのイソプレン単位からなり、 $C_{10}H_{16}$ の分子式を持つものである。

なお、イソプレンの重合体であるポリイソプレンは天然ゴムの主成分である。

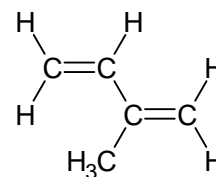


図2 イソプレンの構造式

2 準備物

(1) 試料の作成

レモン6個、包丁、まな板、500mL 三角フラスコ、ガラス管、ゴム栓、シリコンチューブ、水蒸気発生がま、カセットコンロ、リービッヒ冷却器、アダプター、スタンド、200mL 三角フラスコ、500mL ビーカー、氷水、電子てんびん

(2) 試料の抽出と脱水

分液ろうと、酢酸エチル、飽和塩化ナトリウム水溶液、200mLビーカー、100mLコニカルビーカー、無水硫酸ナトリウム、葉さじ、200mL ナスフラスコ、ナスフラスコ置き、ろうと、ろ紙、電子てんびん

(3) エバポレーターによる溶媒留去

エバポレーター、ウォーターバス、バケツ、氷水、ポンプ、アスピレーター、電子てんびん

(4) 抽出物の同定

TLC プレート、鉛筆、ピンセット、アセトン、パスツールピペット(ガラスキャピラリー)、サンプル管、酢酸エチル、n-ヘキサン、紫外線ランプ、ヨウ素

3 実験手順

(1) レモン試料の作製

- ① レモン6個の皮をむく。
- ② 500mL 三角フラスコの質量を測定する。(ア)()g
- ③ レモンの皮を細かくきざみ、500mL の三角フラスコに入れる。後で中央にガラス管を差し込むので、レモンの皮をあまり詰め込みすぎないように注意する。
- ④ レモンの皮を入れた三角フラスコの質量を測定する。(イ)()g
- ⑤ 質量の差から三角フラスコに入れたレモンの皮の質量を求める。(イーア)(A)g
- ⑥ 図3のように水蒸気蒸留の実験装置を組み立てる。

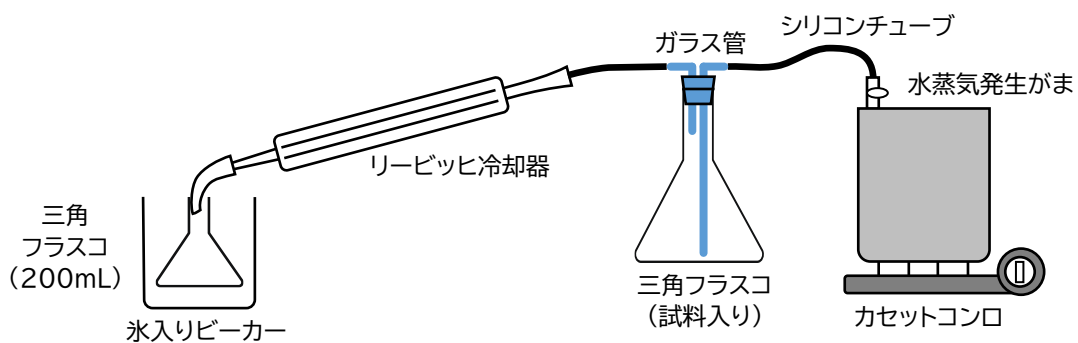


図3 水蒸気蒸留の実験装置

- ⑦ カセットコンロの火をつける(中火)。リービッヒ冷却器に水を流す。200mL 三角フラスコを氷入りの500 mL ビーカーに入れ、受け器とする。
- ⑧ 水蒸気発生がまから蒸気が出だしたらコックを開けて水蒸気を三角フラスコに導入し、受け器の三角フラスコに200mL ほどたまったらコックを閉め、カセットコンロの火を消す。
- ⑨ 200mL 三角フラスコにたまったものをレモン試料とする。

(2) 試料の抽出と脱水

- ① 分液ろうと(図4)のコックが閉まっていることを確認してから、試料を分液ろうとに入れる。(人数がいるときは、6つの分液ろうとに分割して入れる。以下の手順は分割した場合の内容。)
- ② さらに、酢酸エチルを10mL 入れる。
- ③ 分液ろうとの空気孔と栓の溝をずらして栓をする。
- ④ 栓を手のひらで押さえながら、分液ろうとの上下をひっくり返す。
- ⑤ 栓をしっかり押さえたまま活栓を開けて、中の気体を逃がす。その後活栓を閉める。(図4⑤)
- ⑥ 栓をしっかり押さえたまま、分液ろうとを軽くふり混ぜる。(図4⑥)
- ⑦ ⑤と⑥を3回繰り返す。
- ⑧ 分液ろうとを試験管に立て、静置する。液が二層に別れたら空気孔と栓の溝を合わせる。層の境目がはっきりしない場合は飽和塩化ナトリウム水溶液を少量加える。
- ⑨ コックを開けて下層の液を200mL ビーカーに流出させる。(図4⑨)
- ⑩ 残った上層を分液ろうとの上からコニカルビーカーに取り出す。(図4⑩)

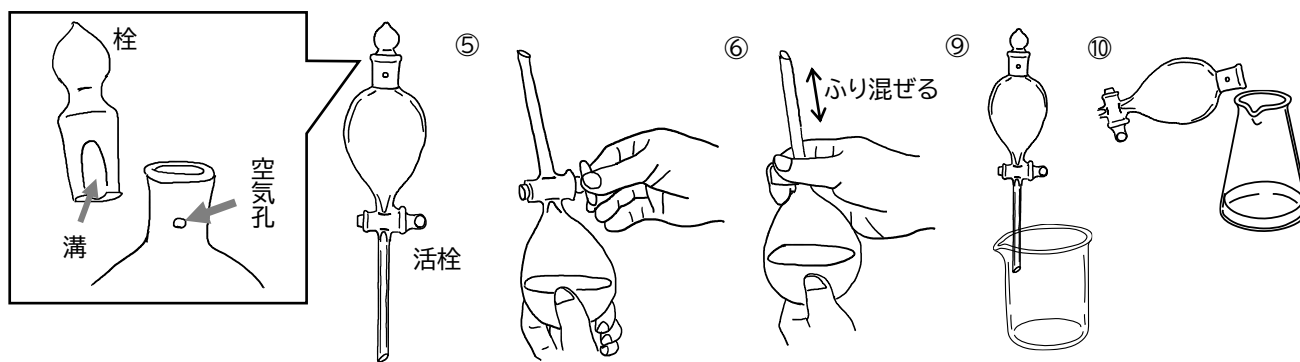


図4 分液ろうとの使い方

- ⑪ 流出させた下層を再び分液ろうとに戻す。
- ⑫ ②～⑩をもう一度繰り返し、コニカルビーカーに取り出した上層が合計20mL になるようにする。
- ⑬ コニカルビーカーに無水硫酸ナトリウムを少量加えてふり混ぜる。加えた無水硫酸ナトリウムがまとまらなくなるまで加える。
- ⑭ ナスフラスコの質量を測定する。(B)g
- ⑮ ナスフラスコに、ろうとをさし、ろうとにひだおりろ紙を置き、コニカルビーカーの試料を流し込みろ過する。

(3) エバポレーターによる溶媒留去

- ① ナスフラスコをエバポレーターに設置する。(図5)
- ② ウォーターバスにお湯を入れ、温度を 50℃に設定する。ナスフラスコがちょうどウォーターバスに入るように、エバポレーターの傾きを調節する。
- ③ 冷却部に、バケツに入れた冷却水を、ポンプを使って循環させる。
- ④ アスピレーターを電源を入れる。
- ⑤ モーターのスイッチを入れ、ナスフラスコを回転させながら、少しずつリークコックを閉め、内部の真空度を上げる。このとき、ナスフラスコ内の試料が突沸しないように注意する。
- ⑥ リークコックを完全に閉めたら、ジャッキハンドルを回し、ナスフラスコをウォーターバスにつける。このとき、一気に下げてウォーターバスでナスフラスコを割ってしまわないように注意する。
- ⑦ 溶媒が完全になかったら、エバポレーターを止め、リークコックを開けて、アスピレーターを電源を落とす。
- ⑧ ナスフラスコを注意しながら外し、外側の水滴を拭き取ってから質量を測定する。(C)g

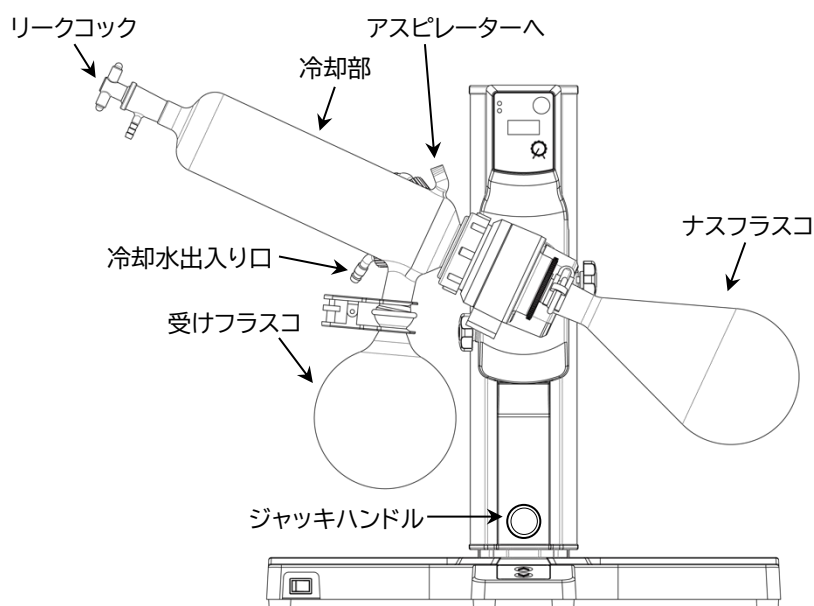


図5 エバポレーターの概略図

(図は東京理科器械株式会社 HP*より引用)

※ <https://ssl.eyela.co.jp/products/rotaryevaporator/small/>

(A)レモンの皮[g]	(B)溶媒留去の前のナスフラスコの質量[g]	(C)溶媒留去後のナスフラスコの質量[g]	(B) - (C) 抽出物の質量[g]

(4) 抽出物の同定

- ① TLC プレートの上下 5mm のところに鉛筆で線を引く。TLC プレートはピンセットで扱い、コーティング面を手で触れないように注意する。
- ② 下の線の上に鉛筆で2ヶ所×印をつける。(図6)
- ③ レモン試料の抽出物にアセトンを少量加え、抽出物を溶解させる。
- ④ 抽出物のアセトン溶液にパスツールピペットの先をつけ、先端部1cm ほどまで溶液を留まらせる。
- ⑤ TLC プレートの×印のうちの1つにパスツールピペットの先をつけ、溶液を TLC プレートに染み込ませる。
- ⑥ リモネン(標品)のアセトン溶液にパスツールピペットの先をつけ、先端部1cm ほどまで溶液を留まらせる。
- ⑦ TLC プレートの×印のうちのもう1つにパスツールピペットの先をつけ、溶液を TLC プレートに染み込ませる。
- ⑧ 展開層に酢酸エチル:n-ヘキサン=1:1の展開液を入れ、TLC プレートを入れる。(図7)
- ⑨ 展開液が上の線まで染み込んだら、展開層から TLC プレートを取り出し、乾燥させる。
- ⑩ TLC プレートに紫外線ランプの光をあて、スポットに鉛筆で印をつける。

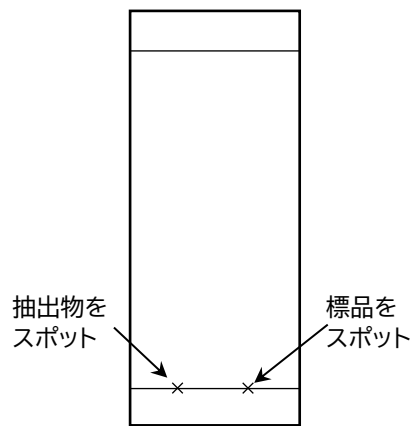


図6 TLC プレート

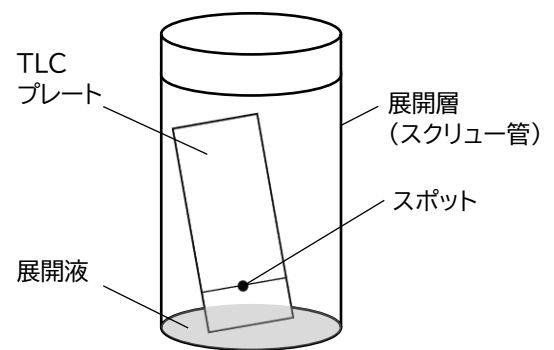
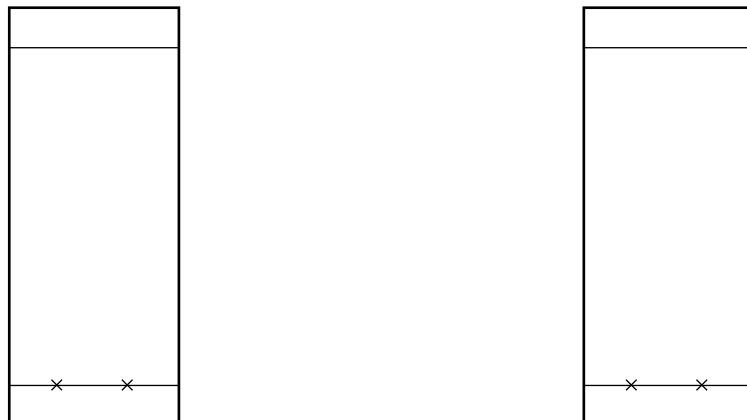


図7 TLC クロマトグラフィー

4 実験結果

TLC プレートの結果



5 考察のポイント

- (1) TLC プレート上に現れたスポットが標品のスポットと一致するということはどういうことか。
- (2) TLC プレート上に現れたスポットが標品のスポットと一致しないということはどういうことか。
- (3) インターネットを活用し、得られた抽出物の質量と含まれているべき質量との比較から、実験の収率を考慮せよ。