

## M101

## カテキン類とカフェインの複合体結晶の生成およびその評価

(福山大生命工) (正)山本 英二・○ (正)勝部 泰子\*・多田 健太郎・田端 紘子・坊 康平・(福山大薬) 佐藤 隆・堤 広之・石津 隆

## 1. はじめに

カテキン類は、茶葉の中でカフェインと共存し、紅茶に見られるクリームダウン現象は、カテキン類とカフェインの複合体形成による。われわれは、これまでにエピガロカテキンガレート(EGCg)あるいは、ガロカテキンガレート(GCg)のようなガレート基を持つカテキン類とカフェイン(CF)が複合体を形成し、粘稠な液滴となることを確認し、それから析出した GCg・CF 複合体結晶については、X 線結晶構造解析を行っている<sup>1)</sup>。われわれは、このような複合体の形成は、生理活性においても意味のあることと考えている。

本研究では、ガレート基のないカテキン類のうち、カテキン (CA) またはエピカテキン (EC) とカフェイン (CF) をモル比 1 : 1 で混合し、反応させることで生成する化合物について、結晶の調製および、溶解度、DSC および粉末 X 線回折による評価を行った。

## 2. 実験

## 2.1. CA・CF (EC・CF) 複合体結晶の調製

CA (EC) と CF を各 168mM (または 84mM)、モル比 1 : 1 になるように秤量し、超純水に加え、60°C (または 70°C) で完全に溶解させた後、25°C で結晶を析出させた。

## 2.2. CA・CF (EC・CF) 複合体結晶の評価

【顕微鏡写真】OLYMPUS VANOX-S。【溶解度測定】0.5ml の超純水に CA・CF (EC・CF) 複合体結晶または原料を結晶が溶け残るまで溶解し、0.45  $\mu$ m メンブランフィルターで濾過後、溶液を HPLC の検量線の範囲まで希釈して分析した。【DSC】Rigaku Thermo Plus2/ DSC 8240。【粉末 X 線回折】RINT 2100V/PC。

## 3. 結果と考察

顕微鏡で観察すると CA(EC)と CF の混合液から析出した結晶は、原料と異なる針状の結晶であった。析出結晶の溶解度を測定すると CA(EC)と CF のモル比は、ほぼ 1 : 1 であったので平均のモル濃度を複合体 CA・CF (EC・CF) の溶解度とした。CA・CF 結晶の溶解度曲線は、Fig.1 に示したとおり、原料のものより低くなった。

CA・CF 結晶の DSC 測定の結果は、Fig.2 のとおり、原料と異なる融解温度を示した。また、粉末 X 線回折でも、原料とは異なる  $2\theta$  で特徴的な回折ピークを示したので、複合体結晶が生成したと考えられる。

EC・CF 結晶についても、溶解度、融解熱、粉末 X 線回折の結果から、原料とは異なる結晶であることが明らかになった。

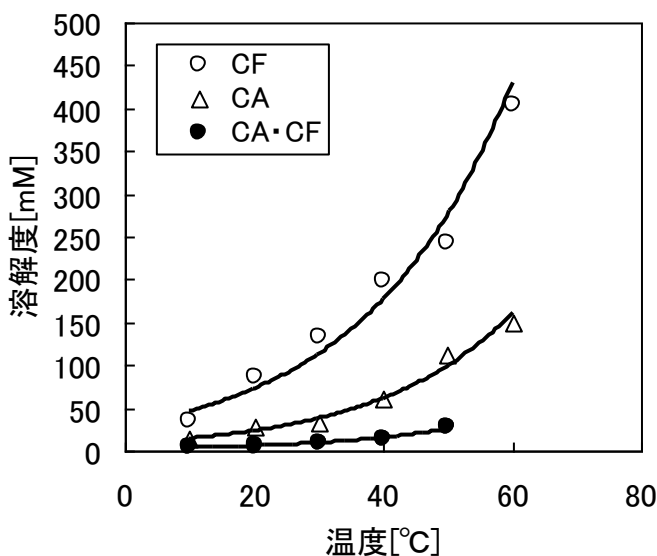


Fig.1 CA・CF 複合体と原料の溶解度曲線

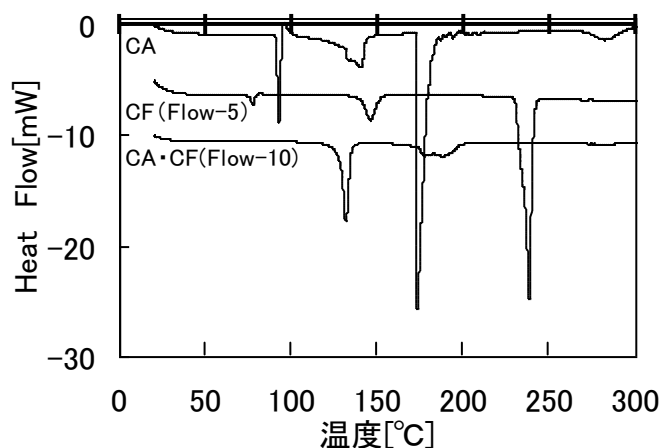


Fig.2 CA・CF 複合体と原料の DSC 分析

## 文献

- 1) T. Ishizu, H. Tsutsumi, T. Sato, H. Yamamoto and M. Shiro, Chemistry Letters, **38**, 230-231 (2009)

\* katsube@fubac.fukuyama-u.ac.jp