

# 一、实验

## 茶叶中咖啡因的提取

### 一、实验目的

1. 掌握索氏提取器的使用
2. 掌握用升华法提纯易升华物质的方法
3. 熟练熔点测定技术

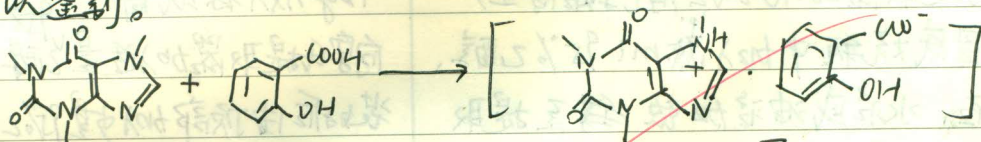
### 二、实验原理

茶叶中约含 1%~5% 咖啡因 (1,3,7-三甲基-2,6-二氧嘌呤)。

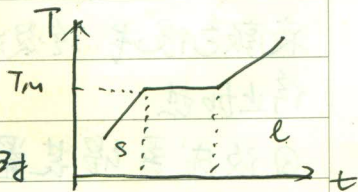
无水咖啡因系白色针状晶体，熔点为 234.5℃，味苦，能溶于水、乙醇、二氧甲烷等有机溶剂。含结晶水为无色针状晶体，100℃ 时失去结晶水，并开始升华，120℃ 时升华显著，178℃ 时升华很快。

提取从茶叶中提取可用适当溶剂 (氯仿、乙醇、苯) 在索氏提取器中连续抽提可得粗咖啡因 (含其它生物碱、叶绿素、丹宁酸及其少量水解物)，利用升华进一步提纯。

通过光谱或溶法测定可鉴别，或与水杨酸作用生成熔点 137℃ 的水杨酸盐加以鉴别。



纯物质有确定的熔点，熔程不超过 0.5~1℃ (自初熔至全熔)，取毛细管，一端封口，一端取样，放入仪器加热，临近熔点时升温 1~2℃/min，记录初熔及全熔时温度，至少测定两次。



### 三、主要试剂及主、副产物的物理常数

名称	相对分子质量	密度	熔点	沸点	溶解性			
					氯仿	水	乙醇	苯
咖啡因	194.19	1.29 g/cm <sup>3</sup> (s)	237℃	178℃ (4 华)	12.6%	2%	2%	1%
乙醇	46.07	0.789 g/cm <sup>3</sup> (l)	-114.3℃	78.5℃	∞	∞	∞	∞

#### 四、实验装置图



#### 五、实验步骤

步骤	现象
① 组装装置, 称取 12g 茶叶末, 放入索氏提取器的滤纸套筒 (贴紧筒壁)	选用 150ml 圆底烧瓶, 电热套加热, 取茶叶 12g 放入滤纸筒
② 圆底烧瓶中加入 110ml 95% 乙醇、沸石, 水浴或油浴加热, 待至提取液颜色很浅, 冷凝液刚虹吸下去时停止加热	向索氏提取器加适量乙醇, 片刻呈黄绿色, 装好后由顶部加少量 95% 乙醇, 所有溶液虹吸至烧瓶, 之后虹吸液呈相绿, 又变浅, 最后萃取液呈深棕色
③ 改成蒸馏装置, 回收大部分乙醇	蒸至剩约 18ml 深色液体
④ 趁热把瓶中残液 (8~10ml) 倒入蒸发皿, 加入约 4g 研细的生石灰, 搅拌均匀, 水蒸气浴中蒸干	转接后用乙醇洗涤, 兼蒸发皿中共得 30ml 液体, 加热时有暴沸致液体溅出, 最后剩浅黄色块粉, 用空心量研碎
⑤ 蒸发皿放在石棉网上小火焙炒, 除尽全部水分, 冷却擦尽边缘粉末	未焙炒, 用纸巾擦拭边缘部分

① 取刺小孔滤纸盖在蒸发皿上，其上倒覆漏斗，漏斗颈塞棉花，溶液加热小心升华（220℃左右）滤纸上出现许多白色毛状结晶时停止加热

加热后先是有水气冒出，后漏斗上出现棕色物质，由小孔内先沉白色晶体，停止加热后漏斗壁上也出现少量晶体

② 揭开滤纸，刮刀刮下咖啡因，残渣经拌和后用较大火再加热升华完全，收集。

只收集了一次，产品为白色针状晶体，混有棕色物质（焦油）

③ 合并两次收集的咖啡因

表西重 = 61.733 g

总重 = 61.854 g

产品质量 = 0.121 g

熔点 = 232.9℃ ~ 233.4℃ (全自融)

228.8℃ ~ 232.0℃ (显微熔点仪)

9.30