



# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.4.18 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

### 茶叶中提取咖啡因

#### 1 实验目的

- (1) 学习并操作固体天然产物提取/薄层层析
- (2) 学习饮料中咖啡因含量测定或茶叶中农残测定

#### 2 实验原理

提取天然产物的方法：萃取、水蒸汽蒸馏等，其中以溶剂萃（浸）取法最常见。

选择合适的溶剂在室温或回流条件下，把天然产物中的有机物萃取到溶剂中，经常压（或减压）蒸除溶剂得粗产物。

纯化粗产物方法：常压（减压）蒸馏、重结晶、薄层（柱）层析、升华等。

茶叶中提取咖啡因：茶叶中含多种生物碱，以咖啡因为主(3.5%)。茶叶中还含有鞣酸、叶绿素、纤维素等。咖啡因在100℃时失去结晶水，并开始升华，120℃升华显著，178℃升华快速。咖啡因的熔点为238℃。咖啡因易溶于氯仿、水、乙醇等溶剂。以乙醇为溶剂在索氏提取器中连续提取，然后蒸去溶剂即得粗咖啡因，利用升华进一步提纯。

索氏提取器原理：

利用溶剂回流和虹吸，使固体物质重复被纯溶剂萃取，提取效率高。

升华原理：

根据固体混合物的蒸气压不同，将其低于熔点的温度下加热，利用待提纯物和杂质蒸气压的差异，使待提纯物不经液体状态直接气化，再遇冷后固化，实现固体混合物的分离。

升华操作：

1. 把放有样品的蒸发皿置入砂浴中。
2. 在蒸发皿上面盖上一张已刺有许多小孔的滤纸（毛刺朝上）。
3. 用一个无颈漏斗（漏斗颈用棉花塞紧）盖在滤纸上进行升华。
4. 升华结束后冷却，把晶体转移到干净的容器中。

#### 3 实验装置





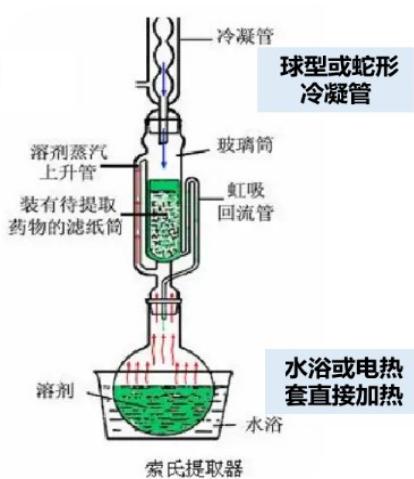
# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.4.18 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

索氏提取器:



升华装置:



## 4 实验部分

### 4.1 实验内容

#### 1. 乙醇粗抽提:

在 100 mL 圆底烧瓶中加入 30 mL 的 95% 乙醇和沸石，装上索氏提取器。将装有 10 g 茶叶末的纸筒（凹面朝上）放入索氏提取器中，装上蛇形冷凝管。从提取器上口加适量乙醇，至刚好虹吸下去为止。加热回流约 1.5 h（提取液颜色变浅），终止抽提。

**注意：**回流速度 1-2 滴/秒，太慢则提取效率低，太快则发生“液泛”，乙醇会从上口喷出，造成火灾。

#### 2. 蒸馏浓缩:

拆除提取装置，在烧瓶中加入沸石，安装常压蒸馏装置。蒸馏至剩余液 12-15 mL 左右时停止。

#### 3. 中和焙烧:

把剩余液倒入蒸发皿中。再用少量乙醇荡洗烧瓶，滴管吸取液体并入蒸发皿，加入 3 g 生石灰粉（生石灰的作用？）。在蒸气浴上用玻棒搅拌、蒸干，然后用空心塞研磨至浅绿色粉末。

在 100 mL 小烧杯中加入小半杯水，然后放在电热套中加热，利用蒸气浴来加热蒸发。

整个蒸发过程中要不停搅拌，以免爆沸。

块状固体需用空心塞研细，粉末要足够干燥。

#### 4. 升华提纯:

在蒸发皿上盖上一张已刺有许多小孔的滤纸，然后放入砂浴中，再用无颈漏斗盖在滤纸上（能盖住所有小孔），开始升华。

滤纸应有足够的孔洞，利于蒸气升腾，且孔洞毛刺应朝上。

漏斗颈应用一团棉花塞紧，以防蒸气逸散到空气中，造成损失。

升华初期，漏斗壁上会有水汽，应及时用棉花擦干。

#### 升华时温度的控制:



# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.4.18 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

a) 要控制火焰，使加热面积大，但升华速度慢，以提高结晶纯度和产量（加热时灯芯要贴近蒸发皿，且注意变换位置使加热充分）。

b) 如果滤纸变成浅咖色，说明温度过高，应暂停加热，否则晶体量下降。

c) 升华一次效果较好，二次升华效果极差。

d) 在升华过程中应仔细观察，当滤纸上出现大量白色针状晶体时，且晶体量不再增加时，可停止加热。

### 5. 收集产品：

冷却（玻璃漏斗不烫手）后，用硬纸片把附在滤纸和漏斗上的晶体刮在一个干净的表面皿中，并称重。

### 6. 分子结构鉴定：解析咖啡因的核磁氢/碳谱（原始数据由老师提供）。

## 4.2 层析检测

薄层层析三次取样：

乙醇提取完成时；加入生石灰中和后；最终收集产品后（用少量乙醇或乙酸乙酯溶解）

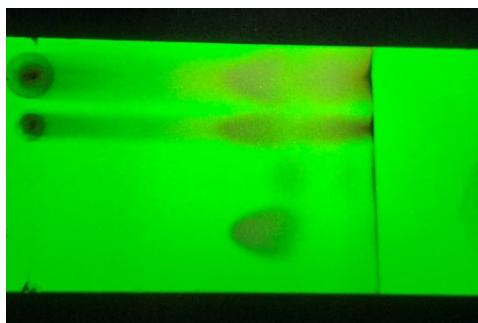
薄层层析具体方案：

利用展开剂（乙酸乙酯/乙酸=19/1）展开标样及三次取样样品（同一块薄层色谱板），比较并确定咖啡因的R<sub>f</sub>值；尝试调整展开剂浓度使咖啡因标样的比移值在0.3~0.5间。

## 5 结果与讨论

### 5.1 内容

实验收集咖啡因晶体40 mg，产品为轻质的白色的针状晶体，外观与预期相符。下图为三次不同阶段下的薄层层析检测结果。可以观察到深色区域逐渐加深，说明随着提纯过程中咖啡因的浓度升高。



本次实验产率较低，由于提取及蒸馏浓缩过程中产量损失很少，索氏提取器提取效率很高，产量差别主要在于升华过程。推测主要原因以下两点：

1. 升华时产生少量白雾，可能为细小的咖啡因晶体，而被认为是未充分干燥产生的水雾擦去；
2. 升华过程使用的酒精灯火焰太小，加热蒸发皿很慢，导致受热均匀但不充分，最终咖啡因未能完全升华并被收集。