

浙江大学



本科实验报告

姓名： 莫柯

学院： 竺可桢学院

系： 化学系

专业： 化学（求是科学班）

学号： 3230103565

指导教师： 赵华绒

2024 年 11 月 4 日

浙江大学实验报告

课程名称： 有机化学实验

实验项目名称： 茶叶中咖啡因提取

学生姓名： 莫柯 专业： 化学（求是科学班）

学号： 3230103565

指导老师： 赵华绒

实验地点： 化学实验中心 529

实验日期： 2024 年 11 月 4 日

一、实验目的和要求

- 1.学习天然产物的提取技术和鉴定知识；
- 2.掌握索氏提取器的原理及工作原理；
- 3.掌握用升华法提纯易升华物质的方法；
- 4.巩固溶液浓缩、焙烧等操作。

二、实验内容和原理

1. （1）咖啡因能够溶于水、乙醇、二氯甲烷等溶剂，可以采用连续萃取的方法提取；

（2）咖啡因（含水）在 100℃ 开始升华，可以利用此性质从提取到的混合物中分理出咖啡因。

2. 可能发生的副反应：焙烧等加热过程中发生碳化；酸性物质没有中和完全，与咖啡因反应形成盐，影响后续步骤。

3. 索氏提取器

虹吸原理：虹吸是利用液面高度差的作用力现象，如将液体充满一根倒 U 形的管状结构内后，将开口高的一端置于装满液体的容器中，

容器内的液体会持续通过虹吸管向更低的位置流出。虹吸的实质是因为液体压强和大气压强而产生。

当索氏提取器中的液面到达虹吸管高度时，便会发生虹吸，直至液体完全流出。

4. 升华

本实验采用常压升华的方式，简单升华装置由罩有漏斗的蒸发皿组成（具体装置图见第三部分）。使用简易升华装置，关键是控制加热，最好选空气浴、水浴、油浴作为热源。

三、主要仪器设备（装置图）

主要仪器：索氏提取器、球形冷凝管、直型冷凝管、茄形瓶、蒸发皿、电热套、牛角管、三角漏斗、温度计、量筒、烧杯、锥形瓶、玻璃棒、铲刀、橡胶管等

装置图：

1. 索氏提取器



2. 简单蒸馏



3. 常压升华



四、主要试剂及产物的理化性质

1. 物理常数

	b. p. / °C	m. p. / °C	Mr / (g/mol)
茶多酚	/	/	281.36
咖啡因	178 (升华)	234.5	194.19
乙醇	78	-114	46.07
水	100	0	18.01

2. 其他性质

咖啡因作为生物碱，会与酸反应；

茶多酚具有酸性，易溶于乙酸乙酯不溶于氯仿，

咖啡因有碱性，易溶于氯仿。茶多酚在水中溶解度高于咖啡因。

五、实验步骤和现象

（一）索氏提取器粗提取

1. 茄形瓶中加 4~5 粒沸石。

2. 称取茶叶放入茶包中，塞入索氏提取器中，注意茶包高度不要高于蒸汽导管，茶叶高度不超过虹吸管高度。

3. 按如上装置图自下向上组装装置。

4. 先加一部分乙醇使之完成一次完整虹吸¹，再额外加入约 20mL 乙醇，装上球形冷凝管，通冷凝水，加热，完整虹吸 3 次。

5. 待最后一次虹吸刚好完成时，关闭电热套，移除热源。

（可以在蒸汽导管上包一层纸保温）

现象：刚加入乙醇，便出现了绿色溶液；正式开始加热时，蒸汽导管口出现小液滴，索氏提取器中液体逐渐增加，达到虹吸管高度时发生虹吸。



正在发生虹吸

（二）简单蒸馏

将上述茄形瓶中得到的粗提取液用电热套为热源蒸馏至约 10mL 液体。

¹ 此处与原来的直接在茄形瓶加酒精再蒸有所不同，意图先润湿茶叶

（三）中和与焙烧

1. 将蒸馏后的溶液倒到蒸发皿中，加入约 4g 氧化钙（实际可以多加一些），搅拌；
（沸石就小心一些别倒进去）
2. 把蒸发皿置于水浴上加热搅拌至大部分干燥
冷却后用刮刀铲下蒸发皿壁和玻璃棒上的固体，
用磨口玻璃塞继续在水浴加热下研磨，得到相对干燥、细的固体；
3. 擦去蒸发皿内沿上的粉末，防止污染产品

现象：氧化钙迅速发生反应，随着搅拌进行，混合物逐渐由固液两相变得更加干燥、浑浊，最终变为深绿色固体。



（四）常压升华

1. 用一小团棉花堵住三角漏斗颈口，用一张滤纸包住“大口”，用针扎孔（又细又密），扎好后，翻转滤纸正反两面，将粗的一面朝外；
2. 在焙烧好后的粉末中划“井”字，将“1”中的漏斗罩住所有固体，可以用铁架压住漏斗保证密封性。用温度计靠在蒸发皿底部监测温度，开始加热（不宜太剧烈）；
3. 当漏斗中出现“黄色”时，停止加热，静待冷却，小心用刮刀取下晶体；
4. 把残渣搅拌均匀，重复上述步骤；
5. 合并两次产物，称重。

（取漏斗时动作小心，防止产品落入残渣，或是被吹走）



现象：加热一段时间后，漏斗中出现“黄色”；
冷却后取下漏斗发现滤纸上有针状晶体。



六、实验结果与分析

1. 数据记录

(1) 茶叶量: 13.736 g

完整虹吸次数: 3+1 次

接收器皿质量: 31.073 g

接收器皿+咖啡因: 31.095 g

咖啡因质量: 22 mg

提取率: 0.16%

(2) 升华过程中温度计示数: 约 218 °C



2. 结果分析

实验提取到的咖啡因量相较于其他同学并不是很多, 可能原因如下:

- (1) 可能索氏提取器中的部分茶叶没有很好地浸润;
- (2) 焙炒温度过高;
- (3) 调节升华温度时过于谨慎, 长时间没能完成第一次升华, 加之密封性可能不好, 有产品逸出;
- (4) 取下漏斗中的产品时, 一部分落回残渣或被吹走。

七、讨论、心得

1. 有关实验步骤中的思考。

(1) 茶叶高度不超过虹吸管

到达虹吸管高度时会发生虹吸, 在此高度上方的茶叶浸润不佳。

(2) 额外加一些溶剂

防止蒸干。

(3) 加入氧化钙

中和酸性物质, 防止其与咖啡因反应; 初步除去水和乙醇。

(4) 大滤纸的摆放

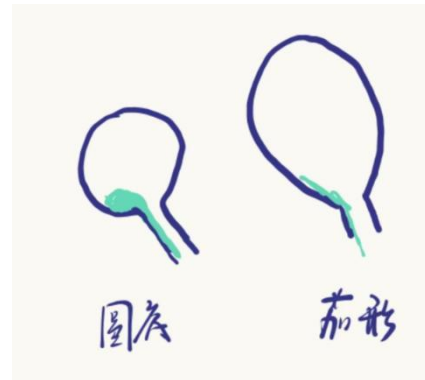
扎好孔翻个面，让粗糙的一面朝外，更容易“挂”住产品。

(5) 划“井”字

增加比表面积，加快升华过程。

(6) 为什么用茄形瓶，不用圆底烧瓶？

见右侧示意图：茄形瓶在倒比较粘稠的液体时，弧度更加“垂直”，更好利用重力倒出液体。



2. 使用索氏提取器的优点

- (1) 节约溶剂，传统浸取法需要大量溶剂，并且后处理除去麻烦；
- (2) 提取液始终处于蒸气浴中，加快提取；
- (3) 连续提取，效率高。

3. 影响咖啡因提取率的因素

- (1) 茶叶浸取程度；
- (2) 中和过程是否完全；
- (3) 升华装置的密封性；
- (4) 焙炒温度是否合适；
- (5) 滤纸自身“悬挂”产品的极限；
- (6) 选择的溶剂（也许氯仿、苯也可以用作溶剂，但毒性比较高）。

4. 为何索氏提取器要竖直放置？

一方面，确保提取液在容器内比较均匀地分布，另一方面，也是为了在更好的时机进行虹吸。

5. 升华法与重结晶法的对比

(1) 升华法，顾名思义，首先一点就是需要提纯的物质必须要有容易升华的性质，具备了这一点，升华的**操作相较于重结晶法更为简单，提纯效率高**，但这同时也是升华法的局限所在，**如果物质不宜升华或是混合物中很多物质均可以升华**，此法难以为继。

(2) 重结晶法主要依靠溶解度与温度来实现提纯，要求提纯物质的溶解度随温度变化大，**提纯效果好，纯度高，并且适用范围相对广。**但是，**操作相对复杂，需要具体的溶解度和温度数据，选择合适的溶解和结晶条件；如果混合物较复杂，多次重结晶产率损失严重。**

6. 本实验中出现的杂质及除去方法

(1) 单宁酸等酸性物质

用氧化钙反应，产生钙盐，并通过升华，将咖啡因与不宜挥发的钙盐分离。

(2) 水、乙醇

直接焙烧除去（氧化钙也除了一小部分）。

(3) 叶绿素等物质

通过升华，将咖啡因与这些不宜挥发的物质分离。