

## 实验八 从茶叶中提取咖啡因

### 一、实验目的

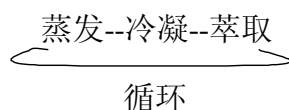
1. 初步了解和掌握从茶叶中提取咖啡因的原理及方法；
2. 掌握 Soxhlet 提取器的使用原理及其使用的方法；
3. 巩固回流、蒸馏的操作，学习升华法提纯物质的操作。

### 二、实验原理

**1. 咖啡因：**1,3,7—三甲基—2,6—二氧嘌呤，是具有绢丝光泽的无色针状结晶，含一个结晶水，在 100℃时失去结晶水开始升华，120℃升华显著，178℃升华完全，是弱碱性物质，易溶于热水、乙醇、氯仿等。

茶叶中的主要生物碱为——咖啡因、茶碱、可可豆碱。茶叶中的生物碱对人体有一定程度的药理功能。咖啡因具有刺激心脏、兴奋大脑神经和利尿作用，主演用作中枢神经兴奋药，大量存在于烟叶及咖啡豆中。茶碱和可可豆碱也有兴奋神经中枢、强心的作用，这就是人们说喝茶、喝咖啡及吸烟“提神”的原因。过度使用咖啡隐晦增加药性和产生轻度上隐。有些研究者人为咖啡因与 DNA、RNA 中的腺嘌呤和鸟嘌呤具有相似的结构，因此它可取代 DNA 中的嘌呤碱，引起基因突变，对生理有危害作用。

**2. Soxhlet 提取器的工作原理：**利用溶剂回流与虹吸原理，使固体物质每次都能被纯的溶剂所萃取，提高萃取效率。



**3. 升华：**某些物质在固态时具有相当高的蒸气压，当加热时，物质从固态不经过液态而直接转变为蒸气，蒸气受冷又直接冷凝成固体，这个过程叫升华。

### 三、实验仪器与试剂

**仪 器：** Soxhlet 提取器 平底烧瓶 (200 mL 1 个)； 冷凝管 (直形、球形各 1 支)； 温度计套管 (1 个)； 短径漏斗 (1 个)； 蒸馏头 (1 个)； 接引管 (1 个)； 水银温度计 (150℃ 1 支)； 蒸发皿。

**试 剂：** 茶叶末 10g； 95%乙醇 100 mL ； 酸性碘—碘化钾试剂； KClO<sub>3</sub> 0.1g；  
4g 生石灰粉

### 四、实验操作

**1. 仪器安装：**按教材 p111 图 2.7.4 安装 Soxhlet 提取装置和 p86 图 2.6.2 蒸馏装置，以及 p83

图 2.5.11—(1)升华装置。

## 2. 加热、回流：

① 萃取前应将茶叶研细，增加固液接触面积；

② 滤纸筒的大小要紧贴器壁，既能取放方便，其内茶叶高度又不得高过虹吸管；将滤纸卷成圆柱状，下端用线扎紧，上盖一小圆滤纸；滤纸包茶叶时要严密，防止漏出茶叶堵塞虹吸管，纸套上要折成凹形，以保证回流液均匀浸透被萃取的茶叶，提高提取效率；

③ 液面超过虹吸管顶端时，蒸气通过玻璃管上升，冷凝液与茶叶接触后自动流回烧瓶中，如此循环，使咖啡因在烧瓶装中富集；

④ 加热直到提取液颜色较浅为止（约 2.5 小时），待冷凝液刚刚虹吸下去即可停止加热。

3. 蒸馏：将提取液转移到在 150 mL 圆底烧瓶，加入 2~3 粒沸石进行蒸馏，蒸去大部分乙醇。

## 4. 提取液及咖啡因的定性检验

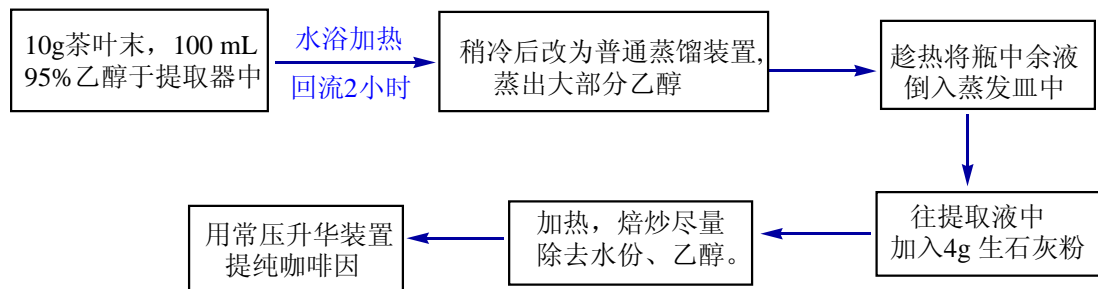
（1）提取液的定性检验：取样品液 2 滴于干燥白色瓷板上，喷上酸性碘-碘化钾试剂，可见到棕色、红紫色和蓝紫色化合物生成。

（2）咖啡因的定性检验：取上述任一样品液 2-4ml 置于瓷皿中，加热蒸去溶剂，加盐酸 1ml 溶解，加入  $\text{KClO}_3$  0.1g，在通风橱内加热蒸发，待干，冷却后滴加氨水数滴，残渣即变为紫色。

## 5. 焙炒、升华：

向提取液中加入 4g 生石灰粉，搅成浆状，在蒸汽浴上蒸干，除去水分，使成粉状，然后移至石棉网上用酒精灯小火加热，焙炒片刻，除去水分。在蒸发皿上盖一张刺有许多小孔且孔刺向上的滤纸，再罩一个合适漏斗，漏斗颈部塞一小团疏松棉花，用酒精灯隔着石棉网小心加热，适当控温，当发现有棕色烟雾时，即升华完毕，停止加热。冷却后，取下漏斗，轻轻揭开滤纸，刮下咖啡因，残渣经搅拌后，用较大火再加热片刻，使升华完全。合并几次升华的咖啡因。

## 五、实验流程：



## 六、实验注意事项

1. 乙醇不可蒸得太干，否则残液会很粘，转移是不易倒出；
2. 升华时要注意控制温度，蒸发皿中的样品要铺放均匀；
3. 记得用棉花塞住漏斗颈。

## 七、思考题

1. 与  $I_2-KI$  试剂显色的定性检验中，棕色表示什么？红紫色表示什么？蓝紫色呢？
2. 生石灰分的作用是什么？
3. 焙炒为了尽量除去水分，为什么不用大火？