

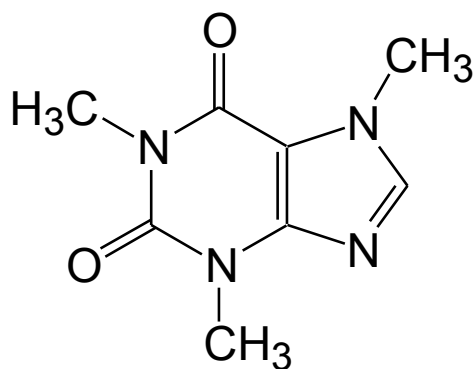
## 实验四 茶叶中咖啡因的提取、分离与鉴定

### [目的要求]

- 1.通过从茶叶中提取咖啡因，掌握一种从天然产物中提取纯有机物的方法。
- 2.学习使用索氏提取器的原理和方法
- 3.学习升华的基本操作

### [实验原理]

茶叶中含有多种生物碱，其中以咖啡碱即咖啡因为主。咖啡因约占1~5%，其结构式为：



其化学名称为1, 3, 7-三甲基-2, 6-二氧嘌呤，属黄嘌呤衍生物。咖啡因是弱碱性化合物。味苦，能溶于氯仿、水、乙醇等溶剂中。咖啡因含结晶水时为白色针状结晶，在100℃时失去结晶水，并开始升华，在120~178℃时升华迅速。纯净的咖啡因为熔点236℃的白色针状结晶。

现在制药工业多用合成方法来制取咖啡因。本实验是用索氏提取

器提取，然后浓缩，升华得到咖啡因晶体。

### [实验用品]

1.仪器：250mL 烧杯，分液漏斗，温度计，100mL 蒸馏烧瓶，直形冷凝管，蒸发皿，抽滤装置，锥形瓶，索氏提取器，滤纸

2.试剂：干茶叶，95%乙醇，生石灰，氯酸钾，碘试液，氨水

### [操作步骤]

1.称取干茶叶 8g 装入滤纸筒中，轻轻压实，放入索氏提取器中，另外在圆底烧瓶中加入 100mL 95%乙醇，放入一粒沸石，按图 1 安装好索氏提取装置（脂肪提取器）。



图 1 索氏提取器

1.浸提管 2.通气管 3.虹吸管 4.烧瓶 5.冷凝管

小火加热至沸腾，连续提取 1 小时，此时提取液的颜色变得很淡，待提取器中的液体刚虹吸下去时，立即停止加热。

2.按图 2 装好蒸馏装置，将萃取液倒入蒸馏瓶中蒸除乙醇。当蒸

馏瓶中液体剩约 8mL 时，立即停止蒸馏，将残留液倒入蒸发皿中，加入 4g 生石灰（起中和及脱水作用）。在蒸气浴上加热，赶尽乙醇，然后将蒸发皿转移至石棉网上焙烧，除尽水分。

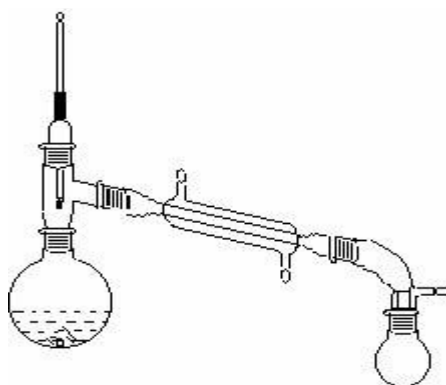


图 2 蒸馏装置

3.在蒸发皿上盖一张用大头针刺有许多小孔的圆形滤纸，取一个合适的玻璃漏斗罩在滤纸上（图 3），在石棉网上小心加热，逐渐升温，尽可能使升华速度慢一些，提高结晶纯度。咖啡因蒸气通过纸孔遇到漏斗内壁冷却，直到冷凝为固体，附着在漏斗内壁和滤纸上。当滤纸上出现大量白色结晶时，停止加热，揭开漏斗和滤纸，观看咖啡因的颜色形状，仔细用小刀将附在其上的咖啡因刮下。



图3 常压升华装置

#### 4.鉴定

(1) 2~4mg 咖啡因固体于磁皿中，加盐酸 1ml 溶解，再加 0.1g 氯酸钾。在通风橱内，置水浴上蒸干残渣后加氨水数滴，残渣显紫色。

(2) 2~4mg 咖啡因，加入 3ml 水溶解，配成样品液。取 2 滴样品液，加碘-碘化钾试液数滴，可见棕色、红紫色或蓝紫色化合物生成。

#### [思考题]

- 1.试述索氏提取器萃取原理，它和一般的浸泡萃取比较有哪些优点？
- 2.进行升华操作时应注意哪些问题？