

实验十 生物碱的提取（从茶叶中提取咖啡因）（5 学时）

[实验目的] 1、学习从茶叶中提取咖啡因的基本原理和方法，了解咖啡因的一般性质。
2、进一步熟悉萃取回流、蒸馏、升华等基本操作。

[实验药品] 茶叶末 5g，95%乙醇 60ml，水 少许（约 2ml），生石灰 4g。

[仪器设备] 蒸发皿 长颈漏斗 玻璃棒等标准磨口仪器 棉花 纱布 滤纸 保鲜膜 电热套

[实验原理] 植物中的生物碱常以盐（能溶解于水或醇）的状态或以游离碱（能溶于有机溶剂）的状态存在。因此可根据生物碱与这些杂质在溶剂中的不同溶解度及不同的化学性质而加以分离。

茶叶中的生物碱均为黄嘌呤的衍生物，有咖啡碱、茶碱、可可碱等，其中以咖啡碱含量最多，约为 1~5%，咖啡因弱碱性，易溶于氯仿（12.5%），水（2%），乙醇（2%）等。利用其溶解性可顺利将其从茶叶中提取出。

含结晶水的咖啡因为无臭、味苦的白色结晶，100℃时即失去结晶水，并开始升华，120℃时升华相当显著，至 178℃时升华很快。无水咖啡因的熔点为 234.5℃，因此可用升华的方法提纯咖啡因粗品。

咖啡因具有刺激心脏、兴奋大脑神经和利尿的作用，主要用作中枢神经兴奋药，它是复方阿司匹林等药物的组分之一。

[实验步骤]

1、粗提

称取 5g 干茶叶末，装入 100ml 烧杯中用 60ml 95%乙醇浸泡一周（烧杯口用保鲜膜封口）。按图-1 将装置装好，然后在恒压滴液漏斗中垫一小团棉花（或纱布），将茶叶连同溶剂加入到漏斗中，溶剂流入圆底烧瓶中，茶叶留在漏斗中，在茶叶上面盖上一小块纱布，然后打开冷凝水，加热回流以提取茶叶中残留的咖啡因。有回流后关闭漏斗的活塞，等液体充满后打开活塞，反复操作，连续抽提 1.5h 至漏斗中提取液颜色变浅后停止加热，将漏斗中的液体全部放到烧瓶中，并用玻璃棒挤压茶叶至干，稍冷却。

2、浓缩

将上述装置改装成蒸馏装置，蒸馏回收大部分乙醇。然后将残留液（大约 8~10ml）倾入蒸发皿中，烧瓶用少量乙醇洗涤，洗涤液也倒入蒸发皿中，蒸发至剩 3~4ml 溶剂，加入 4g 生石灰粉，搅拌均匀，用电热套稍加热（100~120V），翻炒直到固体成粉末状，稍冷却后，擦去沾在边上的粉末，以免升华时污染产物。

3、纯化

将一张刺有许多小孔的圆形滤纸盖在蒸发皿上，取一只大小合适的长颈漏斗罩于其上，漏斗颈部疏松地塞一团棉花，如图-2。

用电热套小心加热蒸发皿，慢慢升高温度，使咖啡因升华，咖啡因通过滤纸孔遇到漏斗内壁凝为固体，附着于漏斗内壁和滤纸上。当纸上出现白色针状晶体时，暂停加热，冷至 100℃左右，揭开漏斗和滤纸，仔细用小刀把附着于滤纸及漏斗壁上的咖啡因刮入表面皿中。称重，计算提取率。（**注意观察现象，并思考原因？**）

[注意事项]

- 1、若漏斗内萃取液色浅，即可停止萃取。
- 2、浓缩萃取液时不可蒸得太干，以防转移损失。否则因残液很粘而难于转移造成损失。

- 3、拌入生石灰要均匀,生石灰的作用除吸水外,还可中和除去部分酸性杂质(如鞣酸)。
- 4、升华过程中要控制好温度。若温度太低,升华速度较慢,若温度太高,会使产物发黄(分解)。
- 5、刮下咖啡因时要小心操作,防止混入杂质。



图-1

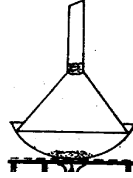


图-2