

茶叶中咖啡因的提取实验装置的改进与探索

吴云英¹, 谢建新¹, 伍贤学¹, 陈文静¹, 苟高章^{2,*}

¹ 玉溪师范学院化学生物与环境学院, 云南 玉溪 653100

² 红河学院理学院, 云南 蒙自 661199

摘要: “茶叶中咖啡因的提取”是有机化学实验的一个经典实验, 本文对该实验所用的原索氏提取器进行改进, 得到内通气集热式索氏提取器并用于实验教学。通过对照实验, 对改进索氏提取器和原索氏提取器的提取效果进行比较。结果表明, 改进装置具有原装置的功能和特点, 且提取时间更短、提取温度和提取率更高, 可在高校推广使用。

关键词: 咖啡因; 有机化学实验; 索氏提取器; 改进装置

中图分类号: G64; O6

Improvement and Exploration of Experimental Setup for Extraction of Caffeine from Tea

WU Yunying¹, XIE Jianxin¹, WU Xianxue¹, CHEN Wenjing¹, GOU Gaozhang^{2,*}

¹ College of Chemistry Biology and Environment, Yuxi Normal University, Yuxi 653100, Yunnan Province, P. R. China.

² School of Science, Honghe University, Mengzi 661199, Yunnan Province, P. R. China.

Abstract: The extraction experiment of caffeine from tea was a classic experiment in Organic Chemistry Laboratory. In this paper, the original Soxhlet extractor device used in the experiment was modified and obtained the internal ventilation Soxhlet extractor, which was used in laboratory teaching. The extraction effects of the improved Soxhlet extractor and the original Soxhlet extractor were compared by the control experiment. The results showed that the improved device keeps the function and characteristics of the original device with the shorter the extraction time, higher extraction temperature and the extraction rate. Thus, it may provide an alternative for college organic laboratory teaching.

Key Words: Caffeine; Organic chemistry laboratory; Soxhlet extractor; Device improvement

索氏抽提器是一种常用提取装置, 是利用一定量的溶剂从多组分固体物质或天然产物中萃取所需组分的玻璃仪器。因其具有简便实用、节约溶剂、提取效率高等特点而在化学化工、生物、环境分析、食品及药品等领域应用广泛^[1]。现已有很多文献对索氏提取器的发展历史、优点等进行阐述, 在此不再赘述^[2,3]。然而, 在长期的实验教学中, 索氏提取器也存在一些弊端并引发师生的关注, 如提取温度低、提取时间长、提取效率低、虹吸管易碎等^[4]。

“茶叶中咖啡因的提取”实验是高校本科化学及相关专业有机化学实验课程中的一个经典实验, 是从天然产物中提取分离的典型代表, 是生物资源利用的重要体现。本实验所用原料为学生所熟悉的茶叶, 密切联系生活。提取得到的咖啡因为黄嘌呤的衍生物, 亦为毒品安纳咖的主要成分, 属国

收稿: 2018-07-28; 录用: 2018-09-04; 网络发表: 2018-09-10

*通讯作者: Email: hhxylxyhxx@126.com

基金资助: 玉溪师范学院教学改革研究与实践项目(201739); 红河学院教学建设与改革项目(JJG171009); 云南省教育厅科学研究基金项目资助(2018JS421); 云南省应用基础研究计划青年项目(2017FD155)

家管制的原料药,其结构如图1所示^[5,6]。因此,“茶叶中咖啡因的提取”实验易于激发学生的学习兴趣,得到学生的重视。通常,本实验方法主要有以下4类:(1)索氏提取器提取-生石灰-升华法;(2)乙醇回流浸取-生石灰-升华法;(3)水溶浸取-醋酸铅-氯仿萃取法;(4)直接升华法。通过“茶叶中咖啡因的提取”实验的开展,可使学生了解咖啡因的结构、性质和用途,学会从天然产物中提取生物碱的原理和方法,同时掌握回流、蒸馏、萃取、水浴、砂浴、升华等基本有机实验操作,是一个综合性的实验,可展示有机化学实验的魅力^[7,8]。

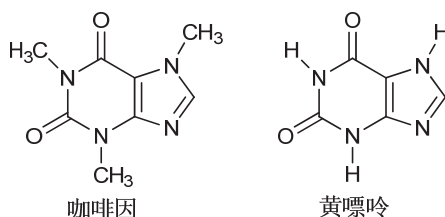


图1 咖啡因和黄嘌呤的结构

结合多年的实验教学经验,由于学生操作索氏提取器时易损坏、提取时间长、提取效率低,导致实验成功率低^[9,10]。本文针对上述问题在“索氏提取器提取-生石灰-升华法”^[11,12]的基础上对提取装置进行改进,并用于“茶叶中咖啡因的提取”实验的教学。通过对照实验,对“改进索氏提取器”与“原索氏提取器”的提取效果进行对比。结果表明,改进装置不仅克服了提取温度低、提取效率低、提取时间长等不足,亦保持了原索氏提取器的功能和特点。也就是说,与原装置及文献报道的改进装置相比^[7-9],改进装置具有提取温度更高、提取效率更高和提取时间更短等优点。

1 实验仪器与药品

仪器:分析天平、量筒、电热套、原索氏提取器、改进索氏提取器(自行设计定做)、圆底烧瓶、蒸发皿、玻璃漏斗及蒸馏装置等。

药品:茶叶(市售)、乙醇(分析纯)、氧化钙(分析纯)。

其他:沸石、脱脂棉、滤纸。

2 实验方法

2.1 改进装置结构说明

如图2所示,改进索氏提取器由圆底烧瓶(1)、提取筒(3)和冷凝管(4)三部分组成,其中提取筒为虹吸管(2)、通气孔(5)、通气管(6)和砂芯隔板(7)集成一体设备,且通气孔下方高于虹吸管的最高处,通气孔和通气管替代原装置中的侧管,提取筒(3)管内蒸气对提取筒内溶液有加热作用。操作时,可将样品装入提取筒内通气管外,圆底烧瓶内加入萃取溶剂,加热,溶剂气化,由通气管上升再由通气孔进入冷凝管,冷凝成液体滴入提取筒内筒,浸提样品中所需物质。同时,溶剂蒸气在通气管上升过程中与提取筒内溶液发生热交换,具有加热作用。待提取筒内液面达到一定高度,提取液经虹吸管流回烧瓶。烧瓶内的溶液继续被加热气化、上升、冷凝、回流滴入提取筒内(热交换提取),反复循环,直到抽提完成为止。对应索氏提取器的结构和原理在有机化学实验教材均有所阐述且均为磨口连接操作,故在此不再详细说明^[13]。

2.2 实验步骤^[12]

咖啡因的提取:量取150 mL乙醇放入250 mL圆底烧瓶中,固定;称取10.0 g市售茶叶,研细,沿着内壁装入提取筒内,连接装置,加热回流1 h。一次虹吸即为一次萃取。

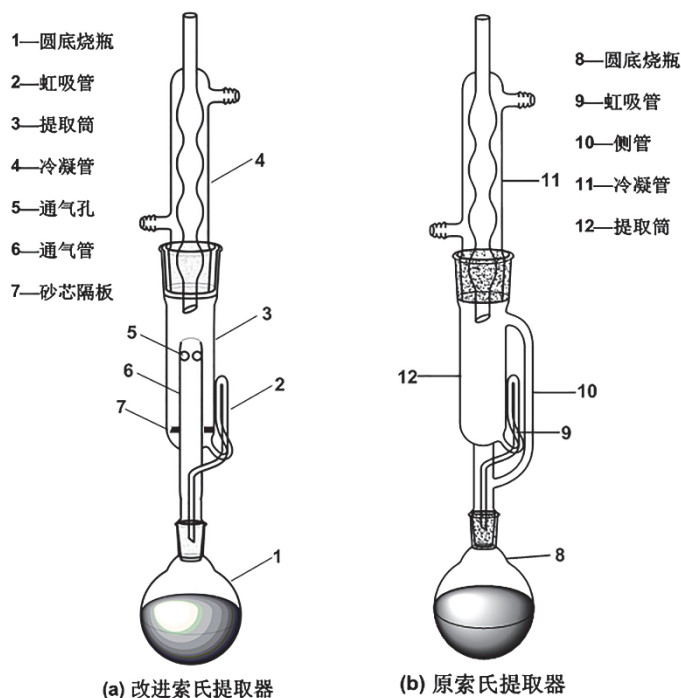


图2 两种提取装置示意图

提取液的浓缩：冷却后，将提取装置改为常压蒸馏装置，对咖啡因提取液进行加热浓缩，至约 10 mL。

咖啡因的纯化：将浓缩后的提取液转移至蒸发皿中，加入 4.0 g 生石灰，在水蒸气浴上蒸干，除去溶剂。转移至石棉网上用酒精灯小火加热，焙炒，至固体变为细小粉末。将实验装置改为升华装置，控温加热至升华完毕，停止加热。冷却后，收集滤纸表面的白色针状咖啡因晶体，如上升华 2 次，合并所得咖啡因，称重，计算提取率^[14]。

对照实验：(1) 分别以原索氏提取器和改进索氏提取器为装置进行咖啡因的提取，具体实验步骤参照上述，提取时间 1 h，平行完成 3 次实验。实验过程中记录好实验数据，如虹吸时间、虹吸次数和测量提取筒内上、中、下部的溶液温度等；(2) 在此基础上，完成两种装置提取时间分别为 0.25、0.5、1、1.5、2 h 的实验，记录相应实验数据。

3 实验结果与讨论

对照实验(1)结果见表 1，提取时间均为 1 h。可以看出，改进索氏提取器首次虹吸用时均比原索氏提取器短，整个提取过程总虹吸次数比原装置多 2 次左右。原索氏提取器的虹吸平均用时在 8 min 左右，改进装置则在 6 min 左右。改进装置中提取筒内溶液温度为 67–68 °C，均高于原装置提取筒内溶液温度(58–61 °C)；且改进后提取筒内溶液温度相近，而原装置提取筒内不同部位间溶液的温度存在一定差异，其归结于原装置上部和下部能与上升的溶剂蒸气进行热交换加热所致，然而改进装置整个溶液区域均能与溶剂蒸气进行热交换，加热均一。

使用原装置最终升华得到的咖啡因平均质量约为 0.058 g，提取率为 0.58%；而改进装置的咖啡因平均质量约为 0.065 g，提取率为 0.65%，可见改进装置的提取率均高于原装置，较原装置提高 30%。总之，从实验结果来看，改进装置的提取率总体比原装置的提取率高，能够体现出改进后的优越性。

实验数据分析表明，改进装置提取率比原装置高，为原装置的 1.3 倍，性能优于原装置，可以满足实验教学的需求。此外，改进装置在虹吸 3 次耗时约 0.5 h 后，提取液变为无色，而原装置虹吸

2 h 后提取液仍为浅绿色；对照实验(2)数据分析可知(表 2)，改进装置提取 0.5 h 时已基本完成提取，而原装置则需提取 1 h 其提取率方能满足教学要求。也就是说，改进装置提取 0.5 h 后提取率增加不明显，而原装置提取 1 h 后提取率增加才无明显变化。可见，改进装置效率的提高一方面是源于提取液与乙醇蒸气进行热交换，提取筒内溶液温度较高，可增大咖啡因在有机溶剂中的溶解度；另一方面，该改进装置首次虹吸用时比原装置短，虹吸平均用时亦短。至此，改进装置足以解决咖啡因提取实验中加热提取时间不足，实验总时间较长，故无法在有限的 4 学时中按时完成实验，给实验教学带来不便的问题。

表 1 两种装置提取 1 h 的实验结果比较

	平行 次数	提取 时间/h	首次虹吸 用时/min	总虹吸 次数/次	虹吸一次平均 用时/min	提取筒上部 温度/°C	提取筒中部 温度/°C	提取筒下部 温度/°C	咖啡因 质量/g	提取率/%	平均提 取率/%
原索氏提 取器	1	1	20	7	8.6	60	58	61	0.0583	0.583	
	2	1	19	8	7.5	61	58	61	0.0575	0.575	0.5817
	3	1	18	8	7.5	60	59	60	0.0587	0.587	
改进索氏 提取器	1	1	15	9	6.7	67	67	68	0.0646	0.646	
	2	1	15	10	6.0	67	68	68	0.0649	0.649	0.6497
	3	1	14	10	6.0	68	68	68	0.0654	0.654	

表 2 两种装置不同提取时间的实验结果比较

	提取时间/h	虹吸次数/次	咖啡因质量/g	提取率/%
原索氏提取器	0.5	2	0.0254	0.254
	1	8	0.0575	0.575
	1.5	10	0.0587	0.587
	2	15	0.0605	0.605
	2.5	19	0.0621	0.621
改进索氏提取器	0.25	1	0.0474	0.474
	0.5	7	0.0621	0.621
	1	10	0.0649	0.649
	1.5	15	0.0663	0.663
	2	19	0.0670	0.670

4 结语

综上所述，本文针对实验教学中的原索氏提取器提取时低温、低效及时长等不足，改装得到内通集热式索氏提取器。改进装置以中通热交换方式充分利用溶剂蒸发过程所产生的热量加热样品，与原索氏提取器相比，改进索氏提取器具有提取温度高、提取效率高、提取时间短、节约能耗等优点，且保有原装置的特点和功能，可在高校教学中推广使用。

参 考 文 献

- [1] 关雅琼, 张曜武, 杨浩. 天津化工, 2011, 25 (3), 17.
- [2] 胡小铭, 王红明, 江源. 化学教育, 2002, 23 (5), 44.
- [3] 张黎明. 大学化学, 2002, 17 (5), 44.

-
- [4] 杨祖幸, 汤洁, 孙群, 赖春霞, 陈家驹. 实验室研究与探索, **2008**, 27 (3), 43.
- [5] Adam, D. J.; Mainwaring, J.; Quigley, M. N. *J. Chem. Educ.* **1996**, 73 (12), 1171.
- [6] Netz, D. F. *J. Chem. Educ.* **1993**, 70(7), 598.
- [7] 潘玉珍, 蔡靖雯, 曾敏, 范文杰, 谭大志. 化学教育, **2015**, 36 (8), 28.
- [8] 王莉贤, 王红, 金东元, 高永红. 实验室研究与探索, **2004**, 23 (9), 32.
- [9] 吕守茂, 祝巨, 俞远志, 章小峰. 实验室研究与探索, **2009**, 28 (5), 32.
- [10] 曾艳萍, 黄齐林. 大学化学, **2018**, 33 (1), 54.
- [11] 谢巧玲. 邯郸学院学报, **2001**, 11 (3), 41.
- [12] 汪志勇, 查正根, 郑小琦. 实用有机化学实验高级教程. 北京: 高等教育出版社, 2016.
- [13] 曾和平. 有机化学实验. 高等教育出版社, 2014.
- [14] 刘卫, 苟高章. 综合化学实验1. 成都: 西南交通大学出版社, 2016.