技能训练

从茶叶中提取咖啡因

1、任务介绍

萃取（或洗涤），就是利用物质在不同溶剂中溶解度的不同来进行分离和提纯的基本操作。通常，从固体或者液体混合物中提取出所需要的物质过程，称之为萃取；从混合物中洗去少量杂质，则称之为洗涤。萃取和洗涤两者的原理一样，目的不同。按照被提取物的状态不同，可分为液体物质的萃取（或洗涤）和固体物质的萃取。

1）液体物质的萃取（或洗涤）

液体有机化合物的制备经常需要萃取（或洗涤）、干燥、蒸馏等基本操作来分离和提纯。其中，萃取（或洗涤）常在分液漏斗中进行，如“乙酸异戊酯的制备”，就需要用分液漏斗来洗涤粗产物。

分液漏斗按其形状分为球形分液漏斗、筒形分液漏斗和梨形分液漏斗。其操作部件主要有顶塞、旋塞和旋塞细端凹槽，如图 1.6.1所示。下图为梨形分液漏斗的操作部件。

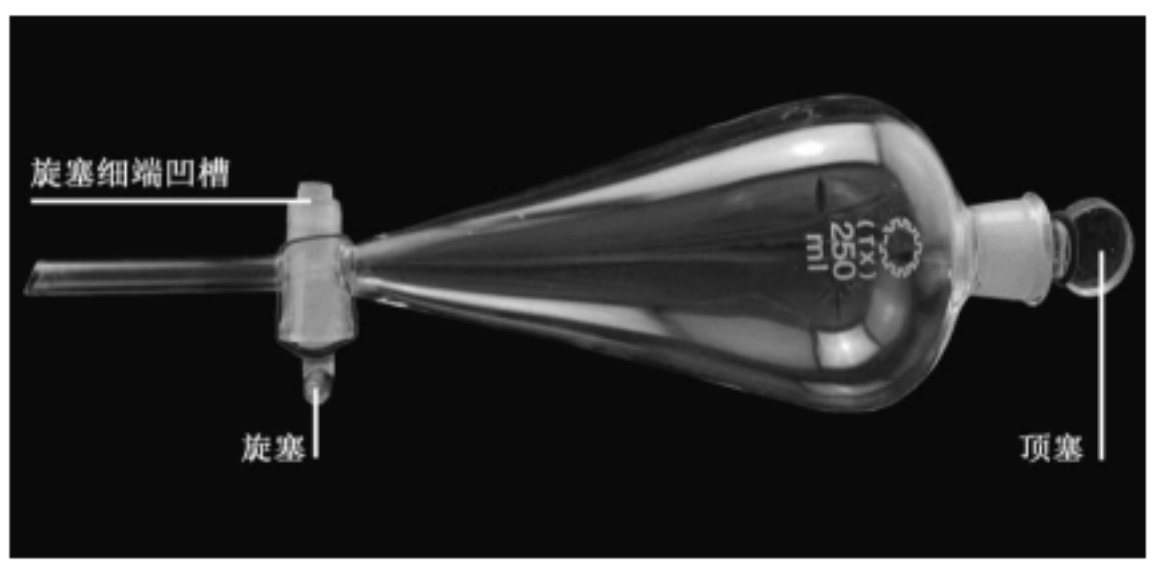


图 1.6.1分液漏斗及操作部件

选择合适的萃取剂可以把产物从混合物中萃取（或洗涤）出来，也可以用水洗去部分有机化合物中的杂质，因此溶剂的选择必须具备下列条件：

①萃取剂与原溶剂互不相溶。

②萃取剂与溶质不能发生化学反应。

③溶质在萃取剂中的溶解度远远大于在原溶剂中的溶解度。

④使用起来安全、环保，并且经过实惠。

2）固体物质的萃取

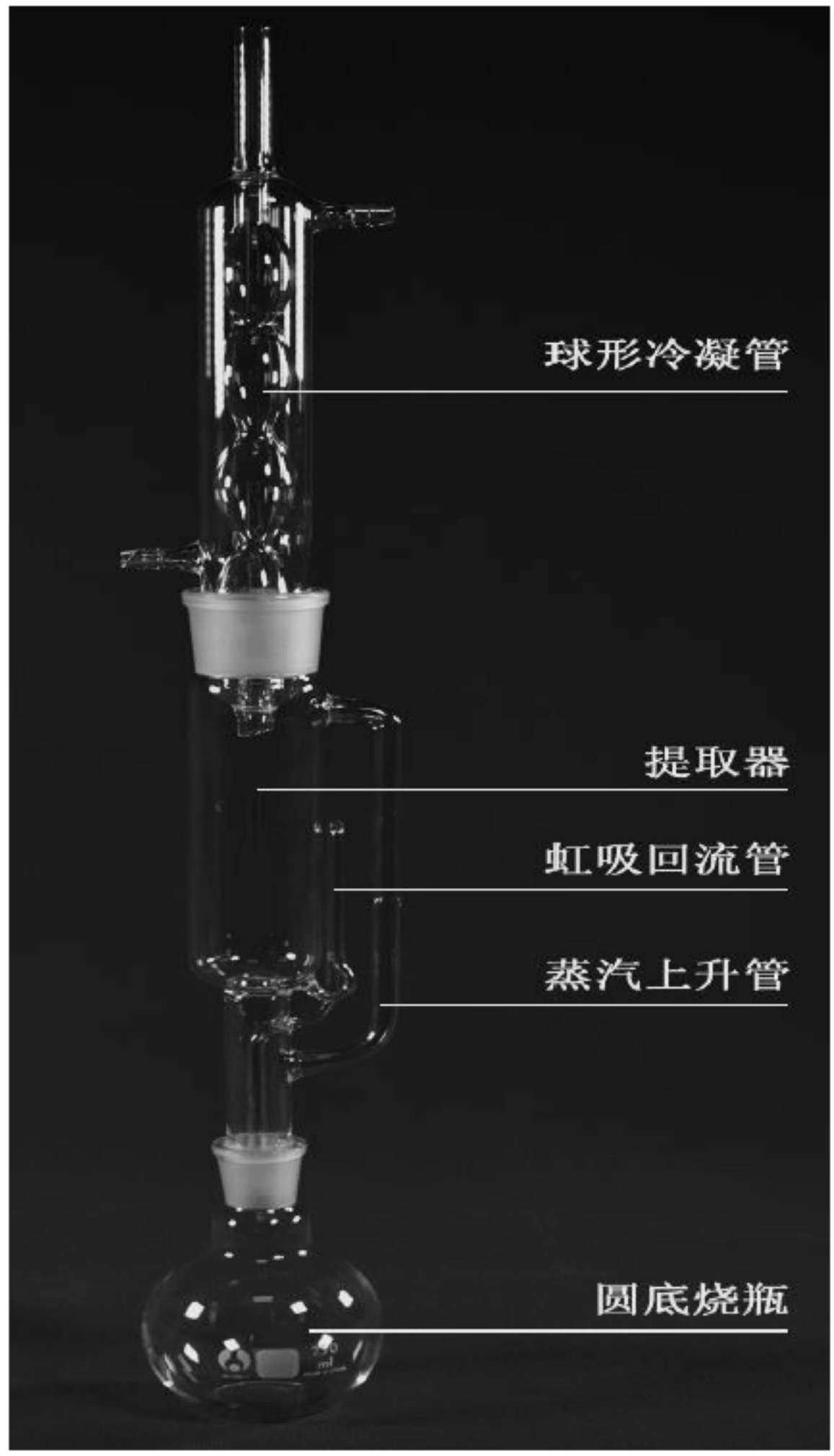


图 1.6.2索氏提取器

固体物质的萃取可以采用浸取法，即将固体物质浸泡在选好的溶剂中，其中的易溶组分被慢慢浸取出来。这种方法可在常温或低温条件下进行，适用于受热极易发生分解或变质的物质分离（比如部分中草药有效成分的提取，就是采用浸取法）。但是该方法溶剂量消耗大、时间长、并且效率低。因此，在有机化学实验实训中，经常采用索氏提取器来萃取固体物质。

索氏提取器，又称脂肪抽取器，如图 1.6.2所示。它是利用溶剂回流和虹吸原理，使固体物质不断被新的纯溶剂浸泡，实现连续无限次萃取，因而效率较高并且节约溶剂。索氏提取器，它是由圆底烧瓶、提取器和球形冷凝管三部分组成。先把滤纸做成滤纸筒，

把已研细的固体物质装入滤纸筒中，在上面盖圆形滤纸片或少量脱脂棉，以防止固体碎渣被溶剂浮出筒外，然后把滤纸筒放入提取器内。在圆底烧瓶中放入沸石，加入溶剂，组装提取器和球形冷凝管，接通冷却水，加热圆底烧瓶。溶剂受热沸腾，溶剂蒸汽通过蒸汽上升管上升至球形冷凝管内被冷凝为液体，回流至提取器内浸泡滤纸筒中的固体样品中，当溶剂液面超过虹吸回流管顶端时，溶剂带着萃取出的溶质通过虹吸回流管，虹吸流回至圆底烧瓶中。如此无限次循环，就可以将固体样品中的易溶物质提取出来，富集于圆底烧瓶内的溶剂中，再经蒸馏回收，即可得到纯净的产物。

2、学习目标

1）知识目标

①掌握萃取(或者洗涤)工作原理。

②掌握分液漏斗和索氏提取器的工作原理。

③了解萃取(或者洗涤)在有机化学实验实训中的应用。

2）技能目标

①学会用分流漏斗洗涤有机化合物。

②学会用索氏提取器萃取固体物质。

③学会组装、拆卸和使用萃取（或者洗涤）装置。

3）素养目标

①树立有机化学实验实训安全操作意识。

②具备环保生产理念。

3、仪器设备与药品

1）仪器设备

分液漏斗、铁架台、烧杯、索氏提取器等。

2）药品

粗乙酸异戊酯、茶叶、乙醇等。

4、训练方法

1）分流漏斗的使用

①分液漏斗使用前的准备

将分液漏斗洗净后，取下旋塞，用滤纸吸干旋塞及旋塞孔道中的水分，在旋塞微孔的两侧涂上薄薄一层凡士林，然后小心将其插入孔道中，为防萃取（或者洗涤）操作时旋塞脱落，应在旋塞细端伸出部分的凹槽内，套上一个小橡皮圈。旋转旋塞数周，至凡士林分布均匀透明为止。

关闭旋塞，往分液漏斗中加入清水，观察旋塞两端有无渗漏现象；再打开旋塞，观看清水能否畅通流下，然后，盖上顶塞，用手掌抵住，倒置分液漏斗，检查其密封性。在确保分液漏斗旋塞关闭时无渗漏、旋塞开启后清水畅通流下，并且顶塞密封良好的情况下才可使用，使用前必须关闭旋塞。

②分液漏斗萃取操作

由分液漏斗上口倒入溶液和溶剂，盖好顶塞。为使分液漏斗中的两种液体充分接触，用右手握住顶塞，左手握住旋塞（旋柄朝上），倾斜漏斗并振摇，以使两层液体充分接触。振摇几下后，应注意及时打开旋塞，排出因震荡而产生的气体，如图1.6.3所示。若漏斗中盛有挥发性的溶剂或者用碱液中和酸液时，更应注意排放气体，以防产生的CO_2气体冲开顶塞，漏失液体或者造成安全事故。反复振摇几次后，将分液漏斗放在铁圈中，打开顶塞，静置分层。



图 1.6.3萃取操作

③分液操作

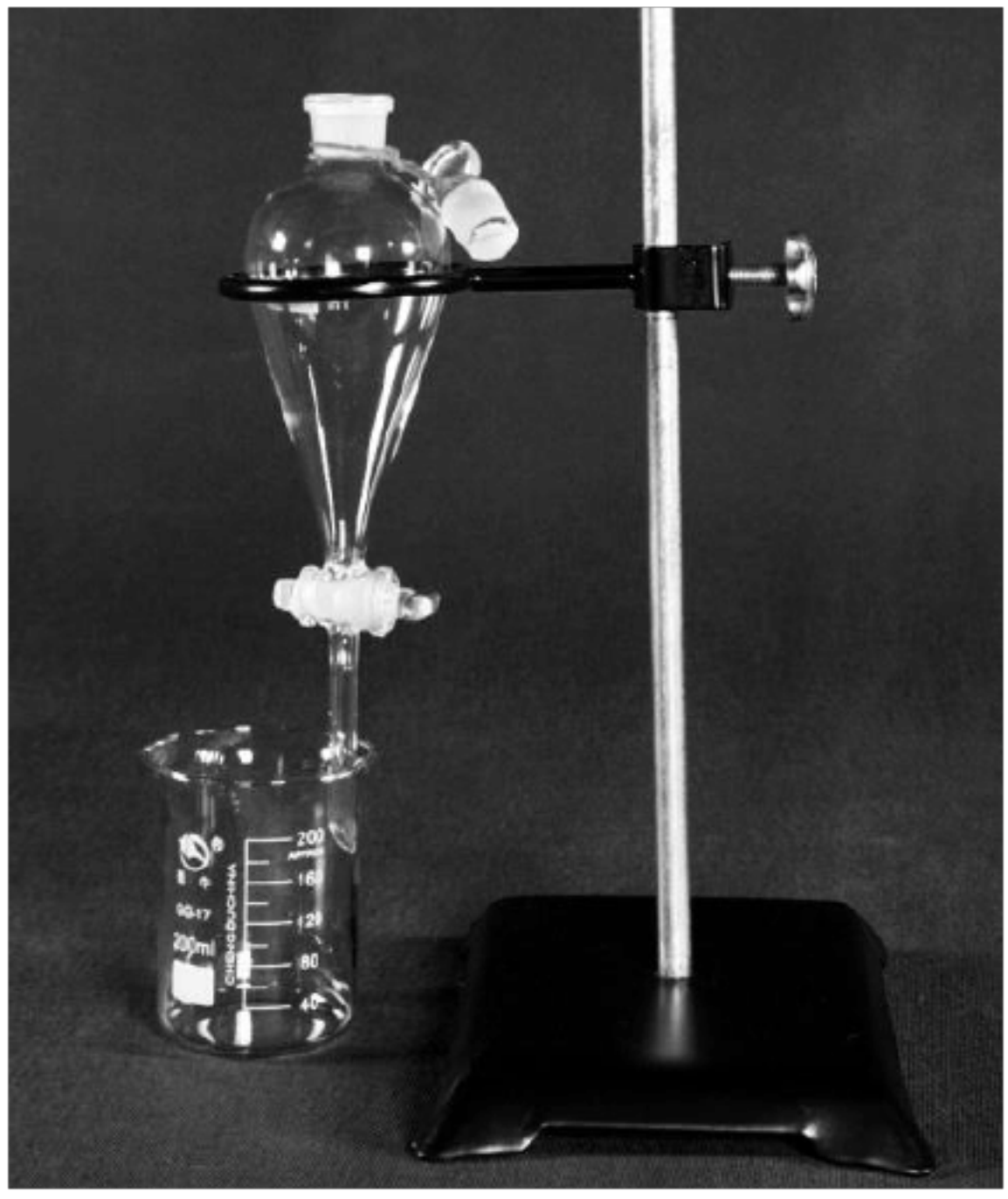


图 1.6.4分液操作

当两层液体间的界面清晰后，便可进行分离液体的操作。再把分液漏斗下端靠在接受器的内壁上，然后缓慢旋开旋塞，小心放出下层液体，如图 1.6.4所示。当液面间的界线接近旋塞处时，暂时关闭旋塞，将分液漏斗取下轻轻振摇几次，再静置片刻，分层清晰后，再缓慢打开旋塞，仔细放出下层液体。当液面间的界线移至旋塞孔道的中心线时，迅速关闭旋塞，移走接受器。最后从上口，把漏斗中的上层液体倒入另一个容器中。

通常，把分离出来的上下两层液体都保留到实验实训完毕，以便操作发生错误时，进行检查和补救。

④分液漏斗使用后的处理

分液漏斗使用完毕，用水洗净，擦去旋塞和孔道中的凡士林，在顶塞和旋塞处各垫上纸条，以防久置粘牢。

2）索氏提取器的使用

①把滤纸做成与提取器大小合适的滤纸筒，然后把需要提取的样品放入滤纸筒内后再放入提取器中。注意滤纸筒既要紧贴器壁，又要方便取放。（滤纸筒上可以套一圈棉线，方便提取完成后取出滤纸筒。）被提取物高度不能超过虹吸管，否则被提取物不能被溶剂充分浸泡，影响提取效果。被提取物亦不能漏出滤纸筒，以免堵塞虹吸管。如果

试样较轻，可以用脱脂棉压住试样。

②在圆底烧瓶中加入萃取剂和沸石（没有沸石可以用玻璃珠或碎瓷片，目的就是防止爆沸）。

③按照圆底烧瓶、提取器、球形冷凝管等先后顺序组装好提取装置，按“下进上出”的规则接通冷却水。接通电源，加热，如图 1.6.5所示。沸腾后，萃取剂的蒸汽从圆底烧瓶中进入球形冷凝管中，冷凝后的萃取剂液体回流到滤纸筒中，浸取样品。萃取剂在提取器内到达一定的高度时，就携带所提取的溶质一同从侧面的虹吸回流管流入圆底烧瓶中。萃取剂就这样在提取器内循环流动，把所要提取的溶质富集到下面的圆底烧瓶内。

④提取完毕，稍冷后，按组装的相反顺序拆除提取装置，整理操作台面。



图 1.6.5索氏提取装置

5、注意事项

1）使用分液漏斗排气时，必须及时，并且排气口不能对准自己和他人。

2）被萃取物质的高度不能高于虹吸回流管。

6、课后作业

1）化学工业出版社学习平台或者 APP，在线学习分流漏斗的使用和索氏提取器的使用微课，掌握液体有机化合物的萃取（或者洗涤）操作和固体有机化合物的萃取操作。

2）化学工业出版社学习平台或者 APP，在线测试任务六的学习效果。

3）思考题

①用碳酸氢钠洗涤乙酸异戊酯时，为什么会产生大量的气体？

②索氏提取器中物料的装入量为什么不能高于虹吸管？

③如果分液漏斗的顶塞没有打开，能放出液体吗？

任务 2 乙酸异戊酯的制备

1、任务介绍

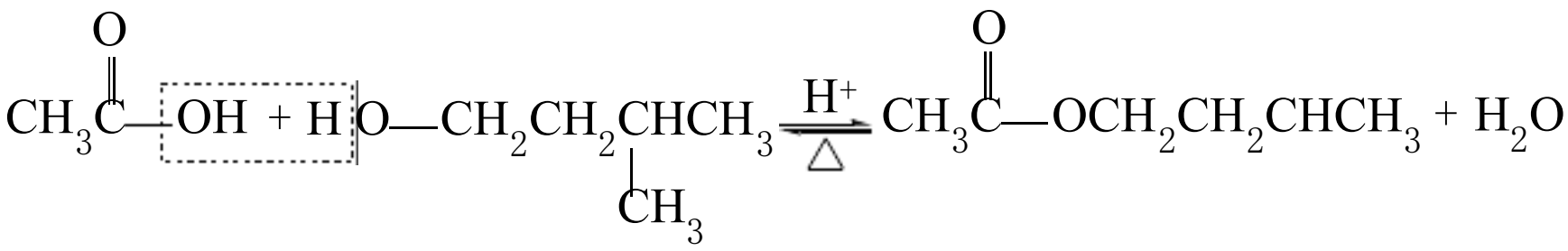
而攻之呢？是它们都看到了入侵者吗，不可能！是它们都听到了呼救声吗，也不可能当蜜蜂面对入侵者时，就会反功，而且会群起而攻之！是什么原因让蜜蜂集体行动呢？当然最主要的原因是为了保护它们的家园！那么，蜜蜂为什么能在一瞬间群起！那又是什么呢？是它们闻到了一种气味，也就是蜜蜂的信息素！当一只蜜蜂叮刺入侵者时，就会随毒汁分泌出信息素，是信息素让其它的蜜蜂能瞬间赶过来，群起而攻之。而这种信息素最主要的成分就是乙酸异戊酯。

乙酸异戊酯，它是一种香精，而且具有令人愉快的香蕉气味，所以又称为香蕉油，是无色的、透明的、易燃的液体，沸点为 142℃，不溶于水，易溶于醇、醚等有机溶剂。

当然，酯类有机化合物广泛分布于自然界中，花果的芳香气味大多数是由于酯的存在而引起的。

乙酸异戊酯是如何制备出来的呢？

乙酸异戊酯，它是用冰醋酸和异戊醇，在浓硫酸的催化下发生酯化反应，来制备的。反应式如下：



冰醋酸　　异戊醇　　乙酸异戊酯

由于酯化反应是可逆反应，所以为了提高产率，我们在反应合成时，采用了两种技术。一种是加入了过量的反应物，也就是使成本低的反应物过量，即加入过量的冰醋酸。另一种是采用了带有分水器的回流装置，使反应中生成的水被及时分出，以破坏平衡，使反应向正方向进行。

在精制、提纯乙酸异戊酯产品时，对于反应混合物中的催化剂硫酸、过量的醋酸，以及未反应完全的异戊醇，可以在清水洗涤中除去；由于醋酸和硫酸溶于水，所以，对于残余的酸，用碳酸氢钠中和除去；对于副产物醚类，由于其沸点与乙酸异戊酯相差较大，可以在蒸馏中分离除去。

2、学习目标

1）知识目标

①掌握酯化反应原理。

②了解酯化反应在有机化学中的应用及意义。

2）技能目标

①掌握乙酸异戊酯的制备方法。

②掌握带有分水器的回流装置的组装、拆卸和应用。

③掌握分液漏斗的使用方法。

④掌握普通蒸馏装置的组装、拆卸和使用。

⑤学会通过蒸馏的方法提纯有机化合物的操作技术。

⑥学会使用干燥剂干燥有机化合物。

3）素养目标

①具备规范操作和安全环保理念。

②团队合作、实事求是、严肃认真的科学态度。

3、仪器设备与药品

1）仪器设备

铁架台、温度计、电热套、锥形瓶、直形冷凝管、球形冷凝管、圆底烧瓶、蒸馏烧瓶、分液漏斗、普通漏斗、烧杯等。

2）药品

10%碳酸氢钠、饱和氯化钠、浓硫酸、异戊醇、冰醋酸、无水硫酸镁、沸石等。

4、训练方法

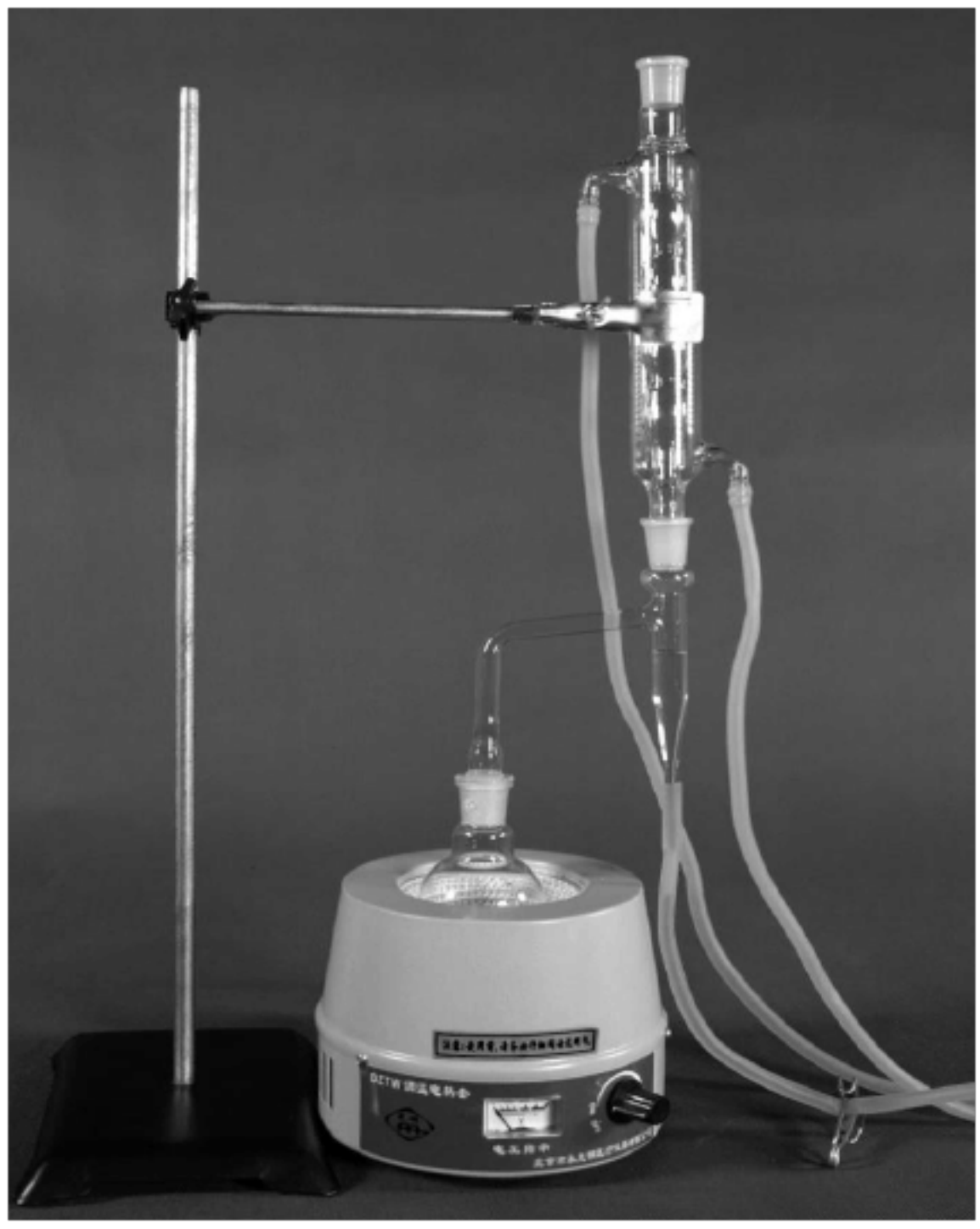
1）酯化反应

① 添加反应物料

在干燥的100mL圆底烧瓶中加入18mL异戊醇、24mL冰醋酸，振摇下缓慢加入3～4滴浓硫酸（浓硫酸绝对不能加多!），再加入5粒沸石。

② 组装反应装置

如图3.2.1所示，定好电热套和铁架台的位置，调整铁夹高度；把添加好反应物料的圆底烧瓶放入电热套中，用铁夹固定；分别把分水器和球形冷凝管安装好，并用铁夹把球形冷凝管固定，用普通漏斗反向往分水器中充水，充水高度比支管口低1cm左右；最后按照“下进上出”的规则，用乳胶管接通冷却水。



乙酸异戊酯的反应装置

③ 加热反应

接通电热套电源，调节加热电压，加热反应回流，记录反应初始时间。

反应回流一段时间后，分水器中的水位会缓慢上升。这时，分水器中的液体会有明显的分层，由于乙酸异戊酯、异戊醇等有机物的密度小于水，所以上层为蒸馏出来的乙酸异戊酯和少量的异戊醇，注意！上层液体应该返回圆底烧瓶；下层为反应前添加的水、蒸馏出来的反应生成水和少量的醋酸。当分水器中的下层液体上升至支管口时，应及时、小心、缓慢地打开放水夹放出下层液体，注意放液量应该保持分水器中的下层液体在原来的高度，也就是下层液体的高度比分水器的支管口，低 1cm 左右！

当分水器中的下层液体不再增加时，反应结束，时间约为 45min。

④ 拆除反应装置

关闭电热套加热电源，停止加热。稍冷后，停通冷却水。按照安装的相反顺序，先拆除乳胶管，排出乳胶管和球形冷凝管内的冷却水，再拆除球形冷凝管、分水器、圆底烧瓶、电热套和铁架台，把分水器中的液体回收至圆底烧瓶中，装置恢复原状。

） 洗涤

① 分液漏斗使用前的处理

关闭旋塞，往分液漏斗中加入清水，观察旋塞两端有无渗漏现象；再打开旋塞，观看清水能否畅通流下，然后，盖上顶塞，用手掌抵住，倒置分液漏斗，检查其密封性。如果分液漏斗没有渗漏，并且密封性好，则直接进行洗涤操作。如果分液漏斗有渗漏，则用凡士林进行密封处理。

必须在确保分液漏斗旋塞关闭时严密、旋塞开启后畅通的情况下才可以进行洗涤操作，操作前必须关闭旋塞。

② 清水洗涤

待圆底烧瓶中的物料冷却至常温后，将其倒入分液漏斗中，用30mL冷水淋洗烧瓶内壁，洗涤液并入分液漏斗中。取下分流漏斗，充分振摇后，放入铁圈中，打开分液漏斗顶塞，静置，当液面间的界线分层清晰后，缓慢旋开旋塞，分去下层液体。

③ 碳酸氢钠洗涤

往分液漏斗中加入 10mL10%的碳酸氢钠溶液，取下分流漏斗，充分振摇后，放入铁圈中，打开分液漏斗顶塞，静置，当液面间的界线分层清晰后，缓慢旋开旋塞，分去下层液体。注意！用碳酸氢钠洗涤时，振摇后，要及时打开分液漏斗的旋塞排气！否则，碳酸氢钠和未反应完全的醋酸反应，会生成的大量二氧化碳把分液漏斗的顶塞冲开，造

用同样的方法,再加　　的碳酸氢钠溶液洗涤一次。

④ 饱和氯化钠洗涤

用同样的方法，再加 10mL 饱和氯化钠溶液洗涤一次，分去下层液体，上层有机物由分液漏斗的上口倒入干燥的锥形瓶中。

⑤分液漏斗使用后的处理

取下分液漏斗的顶塞、旋塞，并用滤纸擦去顶塞、顶塞孔、旋塞和旋塞孔中的水分，分别垫上纸条，以防久置粘牢。

）干燥

往盛有粗产物的锥形瓶中，按比例（10mL 液体有机化合物添加约 0.5～1g 干燥剂）加入无水硫酸镁，配上塞子，振摇至液体澄清透明，静置10min。

4） 蒸馏

① 收集粗产物

把干燥好的粗产物小心地滤入蒸馏烧瓶中，加入 5 粒沸石。注意硫酸镁不能倾入蒸馏烧瓶中。

② 组装蒸馏装置

定好电热套和铁架台的位置，调整铁夹高度；把收集好粗产物的蒸馏烧瓶放入电热套中，用铁夹固定；分别把温度计、直形冷凝管、尾接管和产品接受器安装好，并用铁夹把直形冷凝管固定；最后按照“下进上出”的规则，用乳胶管接通冷却水。

③ 加热蒸馏

接通电热套的电源，调节电压，加热、蒸馏，用干燥的锥形瓶收集 134～142℃的馏分。蒸馏完毕，收集产品乙酸异戊酯。注意加热蒸馏时，不能把蒸馏烧瓶内的液体全部蒸干!

④ 拆除蒸馏装置

关闭电热套的加热电源，停止加热。稍冷后，停通冷却水。按照安装的相反顺序，先拆除乳胶管，排出乳胶管和直形冷凝管内的冷却水，再拆除尾接管、直形冷凝管、温度计、蒸馏烧瓶、电热套和铁架台，装置恢复原状。

⑤称量，计算产率

把收集的 1-溴丁烷产品进行称量，并计算产品的产率。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：https://d.book118.com/837201106126006135