

## “可视化”助力从茶叶中提取咖啡因实验的关键步——升华

李龙平<sup>1</sup>, 李嘉莉<sup>2</sup>, 曲天歌<sup>1</sup>, 蔡佳庆<sup>3</sup>, 张楚钰<sup>1</sup>, 郭雯霁<sup>4</sup>, 李秋莲<sup>4</sup>, 罗钒<sup>4,\*</sup>

<sup>1</sup>华中科技大学同济医学院口腔医学院, 武汉 430030

<sup>2</sup>华中科技大学同济医学院公共卫生学院, 武汉 430030

<sup>3</sup>华中科技大学同济医学院基础医学院, 武汉 430030

<sup>4</sup>华中科技大学化学与化工学院, 武汉 430074

**摘要:** 升华是“从茶叶中提取咖啡因”实验的关键步, 这一步由于在蒸发皿里完成, 学生在整个加热过程中不能直观地观察升华完成的全过程, 并且由于加热温度不易控制导致部分学生的样品由于温度过低根本就没有开始升华, 或者由于温度过高有色杂质跟着一起升华出来, 甚至直接碳化, 使得产品不纯和损失。本文在升华时用玻璃器皿代替蒸发皿, 学生可以清楚地观察升华过程中的现象, 并且利用温敏试纸监测找到升华的最佳温度。“可视化”的融入, 不仅有助于学生观察、记录实验现象, 将实验现象和升华的温度关联起来, 更重要的是培养学生理论和实践相结合的能力和解决问题的能力。

**关键词:** 咖啡因; 升华; 温敏试纸; 可视化

**中图分类号:** G64; O6

## Sublimation: Application “Visualization” to the Key Step in Extracting Caffeine from Tea Leaves

Longping Li<sup>1</sup>, Jiali Li<sup>2</sup>, Tiange Qu<sup>1</sup>, Jiaqing Cai<sup>3</sup>, Chuyu Zhang<sup>1</sup>, Wenji Guo<sup>4</sup>, Qiulian Li<sup>4</sup>, Fan Luo<sup>4,\*</sup>

<sup>1</sup> School of Stomatology, Tongji Medical College, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430030, China.

<sup>2</sup> School of Public Health, Tongji Medical College, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430030, China.

<sup>3</sup> School of Basic Medicine, Tongji Medical College, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430030, China.

<sup>4</sup> School of Chemistry and Chemical Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China.

**Abstract:** Sublimation is a critical step in the extraction of caffeine from tea leaves. In traditional methods, this process occurs within an evaporating dish, which limits students' ability to visually monitor the entire sublimation process during heating. Additionally, the difficulty in controlling the heating temperature can lead to various issues: some students may not initiate sublimation due to insufficient heat, while others may inadvertently cause colored impurities to sublime alongside the desired product, or even result in carbonization when the temperature is excessively high. This study introduces the use of glassware in place of evaporating dishes, allowing students to clearly observe the phenomena associated with sublimation. Furthermore, temperature-sensitive test papers are employed to identify the optimal sublimation temperature. The integration of “visualization” in this context not only aids students in observing and documenting experimental phenomena, but also establishes a connection between these observations and sublimation temperature. More importantly, it fosters students' ability to integrate theoretical knowledge with practical application, thereby enhancing their problem-solving skills.

**Key Words:** Caffeine; Sublimation; Temperature sensitive test paper; Visualization

收稿: 2024-09-29; 录用: 2024-12-23; 网络发表: 2025-03-12

\*通讯作者, Email: luofan16@hust.edu.cn

基金资助: 华中科技大学教学研究面上项目(2024106)

咖啡因( $C_8H_{10}N_4O_2$ )作为一种嘌呤类生物碱, 常见于茶叶、咖啡豆和可可中。由于与机体供能物质三磷酸腺苷(ATP)的代谢物腺苷结构相似, 咖啡因可竞争结合引起疲劳和睡眠信号的受体, 发挥促进觉醒、改善疲劳的生物活性<sup>[1]</sup>。咖啡因是中枢神经系统的兴奋剂, 对心血管系统具有正性作用, 还能促进胃酸分泌及治疗偏头痛等疾病, 在机体的多个系统中发挥着广泛的作用<sup>[2]</sup>。一直以来人们对咖啡因提取方法和工艺不断地进行着探索与改进, 例如卞紫琦等人探索了提取液与提取时间对咖啡因提取量的影响<sup>[3]</sup>; 傅春燕等人用统计变量分析测定了各种来源不同的茶叶中咖啡因的含量<sup>[4]</sup>; 吴以龙等人探究了不同溶剂以及提取方法对咖啡因提取结果的影响<sup>[5]</sup>; 张玉竹等人采用直接升华法提取咖啡因<sup>[6]</sup>等。

从茶叶中提取咖啡因是基础有机化学实验中关于天然产物提取的一个经典实验。近年来大家对这个实验的教学内容不断进行改革和创新, 从萃取的工艺条件、实验装置的改进, 到教学手段的探索<sup>[7-10]</sup>, 以及实验教学的微型化<sup>[11]</sup>都有较多的研究。目前, 各高校广泛采用的实验方法主要是应用索氏提取法, 常常以乙醇作为提取溶剂, 在索氏提取器中进行液-固连续萃取, 然后蒸发溶剂浓缩得到粗品, 最后利用升华的方法提纯<sup>[12]</sup>。但是此实验在实际的教学中实验结果往往不甚理想, 失败率较高, 分析原因主要为以下三点: 第一, 为了减少溶剂的使用, 让实验更绿色, 实验中通常采用微型的玻璃仪器, 因此茶叶的用量往往受到限制。如果在乙醇浸提这一步的效率不够高的话, 极有可能会产生导致升华时收集得到的咖啡因较少, 甚至完全收集不到。第二, 升华时温度控制难以掌握, 或者温度太低没有达到升华的温度, 又或者温度太高有色杂质一起出来, 甚至直接碳化变焦, 使得产品不纯和损失, 实验效果不佳。第三, 由于升华在蒸发皿里面完成, 学生全程无法观察实验现象, 导致学生对“开始升华”“剧烈升华”等概念只能从老师的介绍中获知, 不能亲身感受, 直接影响学生对实验的观察和记录, 导致学生不能根据实验现象及时调整温度。

温敏试纸又叫温度热敏试纸, 其上有一层在特定温度下可以发生颜色变化的热敏涂料。以Thermax的8格温敏试纸为例, 当我们选择测试的温度范围为116–154 °C时, 温度升至116 °C时第一格变色, 温度上升至121 °C时第二格变色, 以此类推。根据变色格位置, 可以得到误差为 $\pm 3$  °C的实时温度。

为了让学生在该实验中获得较好的实验结果, 既能直观地观察升华时的实验现象, 又能控制好温度, 本文从如下两个方面对实验进行了改进。首先, 提高乙醇浸提这一步的效率, 获得咖啡因含量较高的提取液, 为后面的升华做好准备。其次, 用玻璃器皿代替蒸发皿, 并将温敏试纸应用于升华这一步骤, 让学生既可以直观地观察实验现象, 又能精准控制温度, 找到升华的最佳温度。这些改进措施简单、易行, 让学生在经历3–4个小时的实验后收集到咖啡因的机率大大增加。更重要的是学生可以自己实现精准控温, 观察到升华的全过程, 给学生提供了一次将理论和实践有机结合的学习机会, 提高了学生解决问题的能力。

## 1 实验改进思路

### 1.1 提高乙醇浸提效率

依据文献报道的不同品种茶叶中咖啡因含量的情况(表1)<sup>[4]</sup>, 我们选择了咖啡因含量相对较高的恩施红茶为原材料, 并且为了增加后续乙醇提取时液-固的接触面积, 直接用研磨机将茶叶打磨成粉末, 装入茶叶包备用(图1)。随后将茶叶包放入烧杯, 用适量乙醇浸泡, 并放入超声波清洗器超声20 min(图2), 待后续索氏提取时使用。

### 1.2 “可视化”方法引入升华实现精准控温

为了方便学生观察升华过程中的实验现象, 本实验采用定制的耐高温玻璃器皿代替蒸发皿, 并且为了便于准确监测温度, 加热前将116–154 °C、160–199 °C两张不同温度范围的温敏试纸横贴于玻璃器皿的底部(图3)。这样学生可以根据玻璃器皿里面的现象和对应的温度指示调控温度, 找到升华的最佳温度和时间, 方便学生观察和记录实验现象, 弄清升华的全过程。

表1 不同品种茶叶中咖啡因含量

序号	茶叶品种	咖啡因平均含量/(mg·g <sup>-1</sup> )
1	白茶	9.3291
2	红茶	9.7395
3	普洱茶	5.8809
4	铁观音	5.9543
5	乌龙茶	6.2653
6	黑茶	10.2874



图1 茶叶末装入茶叶包

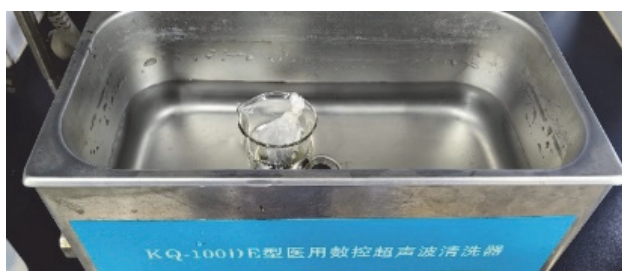


图2 超声浸提

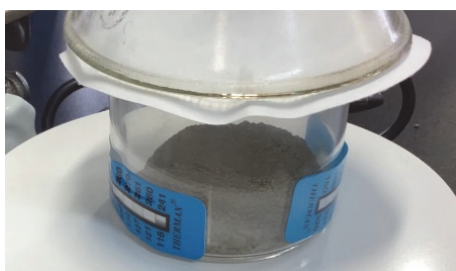


图3 升华装置

## 2 实验

### 2.1 试剂、材料和仪器

#### 2.1.1 试剂、材料

恩施红茶3 g、95%乙醇(国药集团化学试剂有限公司)、分析纯氧化钙(广州元丰化学科技有限公司)、THERMAX温敏试纸(Thermographic Measurements Ltd., 英国)、茶叶包。

#### 2.1.2 仪器

索氏提取器、圆底烧瓶、直形冷凝管、球形冷凝管、温度计套管、蒸馏头、尾接管、温度计、

烧杯、蒸发皿、苏泊尔磨粉机-SHM2005、KQ-100DE超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)、电子天平、赛多利斯BSA224S-CW电子分析天平(赛多利斯科学仪器(北京)有限公司),主要仪器和材料见图4,定制耐高温玻璃器皿(直径5 cm,高4 cm,厚2.5 mm圆柱形玻璃器皿,武汉市民权玻璃仪器厂,图5)。

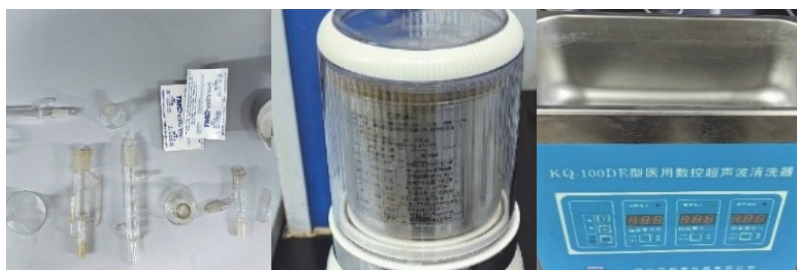


图4 主要仪器和材料

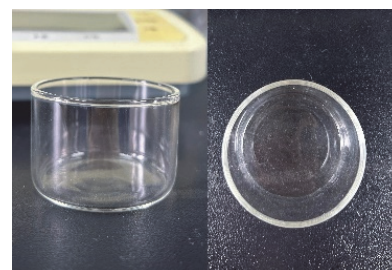


图5 定制玻璃器皿

## 2.2 实验步骤

### 2.2.1 提取

称取恩施红茶3 g,用研磨机打磨成粉末后装入茶叶包。将茶叶包放置于50 mL烧杯中,并倒入适量95%乙醇浸没茶叶包。然后将烧杯放入超声波清洗器中(温度:40 °C,频率:40 kHz),进行超声浸提20 min,中途依据情况适时添加乙醇,使溶剂高度始终浸没茶叶包。按照索氏提取装置安装好玻璃仪器,将茶叶包转移至索氏提取器中,并将烧杯中浸提液一并转入。加入适量乙醇至刚好发生一次虹吸后再多加入约10 mL,加热回流,当提取液的颜色较淡时停止加热。

### 2.2.2 蒸馏

常压蒸馏蒸出大部分溶剂,当蒸馏瓶中还剩下约10 mL液体时停止加热。

### 2.2.3 升华

将蒸馏瓶中的浓缩液转移至蒸发皿中,然后继续加热至溶液呈粘稠状时,加入约1 g的氧化钙粉末,继续焙炒成干爽的粉末状。焙炒好的粉末完全转移至定制的耐高温玻璃器皿中准备进行升华。玻璃器皿上方盖一张戳满小孔的滤纸,之后将一直径略大于瓶口的漏斗倒置于滤纸上方并用棉花塞住漏斗的颈部。在玻璃器皿的底部横向贴上两个温度范围分别为116–154 °C和160–199 °C的温敏试纸,然后置于电热炉上开始加热。

温度慢慢升高,当温敏试纸的温度显示为116 °C时玻璃器皿内开始出现明显蒸气,可以认为116 °C已经开始升华。温度升高至121 °C时,玻璃器皿内部蒸气更浓(图6)。温敏试纸显示127–132 °C时,玻璃器皿侧壁以及固体粉末上出现明显白色晶体。继续升高温度至132–149 °C,固体粉末和玻璃器皿侧壁上的晶体继续生长。温敏试纸显示154 °C时,固体粉末和玻璃器皿侧壁上出现针尖状晶体。在154–160 °C温度范围时,固体粉末和玻璃器皿侧壁上的针尖状晶体迅速生长(图7)。当温度升高至160–177 °C,固体粉末上晶体逐步减少,晶体升华至更高的侧壁或者滤纸上(图8)。温敏试纸显示177–186 °C期间,玻璃器皿侧壁和滤纸上布满针尖状晶体,固体粉末上已经没有晶体(图9)。当温度逐步升高至190 °C时,有颜色的杂质开始出现,停止加热。依据上述的实验现象,我们发现升华的温度最好控制在180–186 °C之间。收集咖啡因晶体,用分析天平称重,为17 mg。

## 3 结语

为了提高乙醇的浸提效率,在本实验中先将3 g的恩施红茶打磨成粉末后装入茶叶包,然后用95%乙醇溶液超声浸提20 min后再进行索氏提取。在升华步骤中,我们用定制玻璃器皿代替蒸发皿,并且利用温敏试纸监测温度,让学生在实验中一方面可以清楚地观察升华过程的实验现象,另一方面将实验现象和温度相结合找到升华的最佳温度为180–186 °C,收集到17 mg的咖啡因,相较于之前,

实验可控性更强, 实验效果有了明显提升。本实验中的改进部分简单、易行, 易于推广, 学生在实验中将理论和实践相结合, 解决问题的能力得到了提升。



图6 116–121 °C时玻璃器皿内升华情况

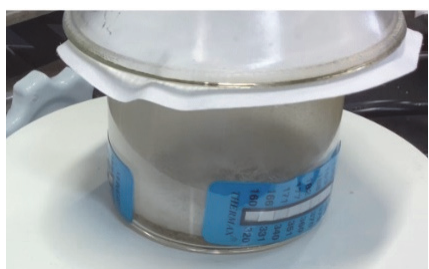


图7 154–160 °C时玻璃器皿内升华情况

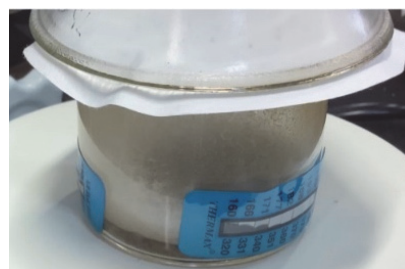


图8 160–177 °C时玻璃器皿内升华情况

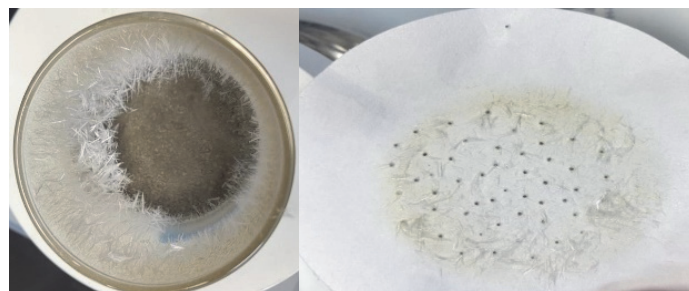


图9 玻璃器皿内壁与试纸上收集的针状晶体

#### 参 考 文 献

- [1] 中国食品科学技术学会. 中国食品学报, **2024**, *24* (6), 498.
- [2] 易超然, 卫中庆. 医学研究生学报, **2005**, *18* (3), 270.
- [3] 卞紫琦, 郭军, 李翠红. 农产品加工, **2024**, No. 1, 38.
- [4] 傅春燕, 袁治倩, 刘永辉, 彭玲. 邵阳学院学报(自然科学版), **2023**, *20* (3), 67.
- [5] 吴以龙, 王康, 武增才, 税再坤, 字成庭. 食品研究与开发, **2023**, *44* (3), 195.
- [6] 张玉竹, 陈凯旋, 唐建城, 李强林, 肖秀婵. 成都工业学院学报, **2018**, *21* (2), 54.
- [7] 薛艳, 赖小伟. 河南师范大学学报(自然科学版), **2009**, *37* (4), 161.
- [8] 吴云英, 谢建新, 伍贤学. 大学化学, **2019**, *34* (11), 42.
- [9] 祝泽周, 胡云, 孙菲. 有机化工, **2024**, *50* (2), 15.
- [10] 李静, 王惠泽, 刘艳红, 房川琳, 李桂英. 实验技术与管理, **2015**, *32* (1), 54.
- [11] 胡庆华, 张蔚萍, 陶春元, 喻国贞, 贺刚. 实验室科学, **2010**, *13* (2), 53.
- [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.