

實驗(九)

從常見的香料中分離香精油並利用光譜分析它們的主要成分

學生工作紙

目的

1. 從常見的香料提取香精油。
 2. 測定香料中香精油的成分。
 3. 用紅外光譜法及質譜法分析香精油的主要成分。
-

背景資料

以植物和香料作為食物的調味劑已有數千年歷史，而且亦成為不同民族的重要文化。肉桂、丁香、大蒜、杏仁、胡椒和香草都是常見的例子，而且歷史悠久。很多植物的葉、種子、樹皮或其他部分因含有香精油而有特殊的香味。香精油幾乎用於所有食物製造之中，就如麵包、醃製食品、飲料等。

香精油是一些易揮發的有機物質，可利用各種物理方法，把它從有香味的植物中分離出來。香精油一般集中在植物的種子或花朵，但亦可存在於植物的其他部分。植物的香味便是源自這些香精油。從植物提取香精油，可利用多種不同步驟，就如用機械壓搾、研磨、浸漬、溶劑提取、蒸餾和濃縮等。很多時候，要結合多個步驟才能快速和有效把香精油提取。

化學工作者對確定香精油的化學結構尤感興趣，因為在知道香精油的結構以後，便可在實驗室合成香精油，從此香精油的產源再不需限於從植物中提取了。

先進的儀器技術在有機化合物結構的測定上擔當著一個不可或缺的角色。例如，紅外光譜法便是測定某化合物是否含有某種官能基，就如分子中是否含有碳—碳重鍵、苯環、羰基和羥基等。質譜儀不單可用來測量有機化合物的分子質量，還可藉碎裂分析，了解到化合物的結構特徵。

工作

1. 把肉桂或丁香與乙酸乙酯混合回流加熱，以提取香精油。
 2. 用普通蒸餾法把溶劑（乙酸乙酯）從香精油溶液中除去。
 3. 測定香精油在香料中的質量成分。
 4. 根據提供的紅外光譜圖和質譜圖，分析所獲香精油的主要成分之化學結構。
-

安全措施

實驗應在通風良好的實驗室或煙櫥中進行。當處理化學藥品時需留心，不要讓皮膚沾上化學藥品。應按照老師的指導，來處理化學廢物、破爛玻璃用品及剩餘的物料。

乙酸乙酯是易燃和易揮發的有機溶劑，使用時要特別小心。

在進行回流和簡單蒸餾時，要倍加小心。千萬不要把密閉體系加熱，否則可能導致爆炸。避免用明火來把盛載易燃液體的燒瓶加熱，而應用油浴或水浴來進行加熱。確保水冷凝器的入水位和出水位與膠管接駁正確。並且學生絕不應讓蒸餾在無人看管下進行。

本實驗所使用的化學藥品的安全資料，可翻閱 << 物質安全數據手冊 (MSDS) >>。詳情請諮詢老師。



必須戴上安全眼鏡

所用的物料和儀器

無水 MgSO_4 或無水 CaCl_2 (1~2 g)



有害 / 刺激性

乙酸乙酯 (50 cm^3)



易燃



有害 / 刺激性

香料 (玉桂或丁香)

研砵和研棒

水冷凝器

本生燈/電熱板

濾紙

簡單蒸餾儀器

稱量天平

100-cm^3 圓底燒瓶

油浴

防沸小粒

過濾漏斗

實驗步驟

 有關本實驗的照片可在以下網站取得 <http://www.chem.cuhk.edu.hk/ssc.htm>。

甲部： 從香料分離出香精油

1. 稱取約 5.0 g 香料 (肉桂或丁香)，並用研砵和研棒把它磨成小塊。然後把香料放入 100-cm^3 的圓底燒瓶中，並加入數顆防沸小粒。 
2. 把 35 cm^3 乙酸乙酯加入上述圓底燒瓶中。 
3. 把水冷式的冷凝管接在燒瓶之上，並回流加熱混合物 $15\sim 20$ 分鐘。 

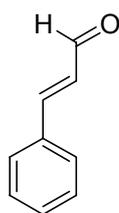
實驗(九)

從常見的香料中分離香精油並利用光譜分析它們的主要成分

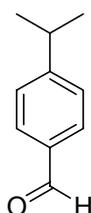
- 回流加熱後，冷卻混合物至室溫，並小心把溶液傾析至一清潔的錐形瓶中。然後用少許乙酸乙酯清洗圓底燒瓶內的殘餘物，再把清洗後溶液一併加到錐形瓶中。
- 把約 1 g 的無水 MgSO_4 或無水 CaCl_2 加入上述錐形瓶中，並把混合物輕輕搖勻 30 秒，然後過濾混合物。
- 把數顆防沸小粒放入一清潔的 100-cm^3 圓底燒瓶中，然後稱取該燒瓶的質量。把濾液加入此燒瓶中。
- 把儀器安裝成簡單蒸餾裝置。運用簡單蒸餾法除去混合物的溶劑（乙酸乙酯）。
- 當溶劑完全蒸出後，拆卸儀器，稱取載有油狀殘餘物的燒瓶的質量。該油狀殘餘物便是香精油。
- 測定該分離出來的香精油的質量，並計算香精油在香料中的質量百分率。

乙部： 利用紅外光譜法及質譜法鑑定香精油的主要成分。

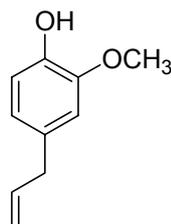
- 假如你所分離出的香精油的紅外光譜圖和質譜圖如譜圖 1 ~ 4 般，則以下哪種化合物最可能是它的主要成分？



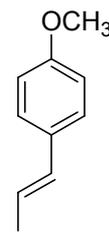
A



B



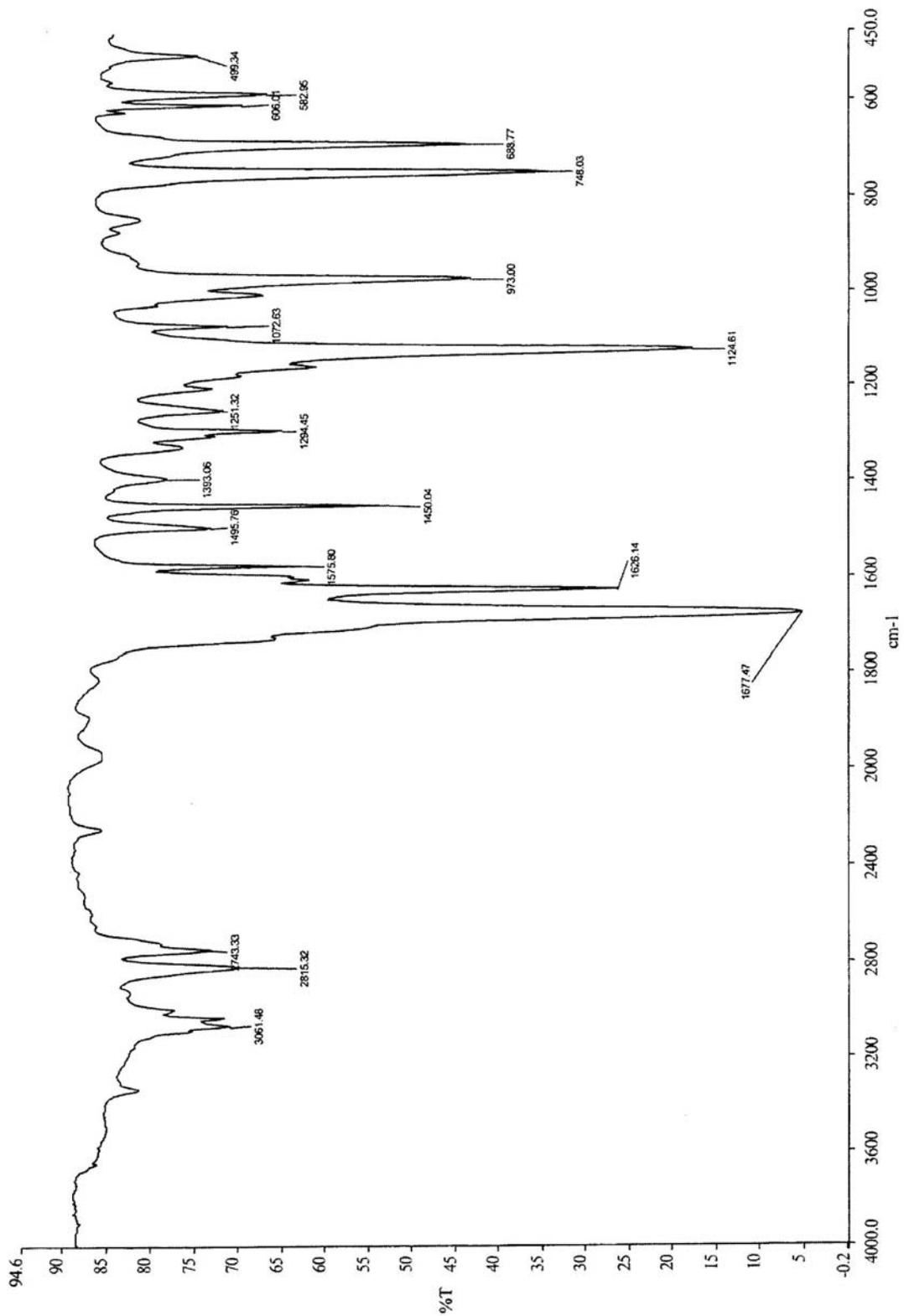
C



D

[提示：在 IR 譜圖中，找出與以下官能基相關的吸收帶： $\text{C}=\text{O}$ (酮或醛)、 $\text{C}-\text{H}$ (醛)、 $\text{O}-\text{H}$ (酚)、 $\text{C}-\text{O}$ (醚)、苯環、 $\text{C}=\text{C}$ (烯類) 和苯環上的取代形式。]

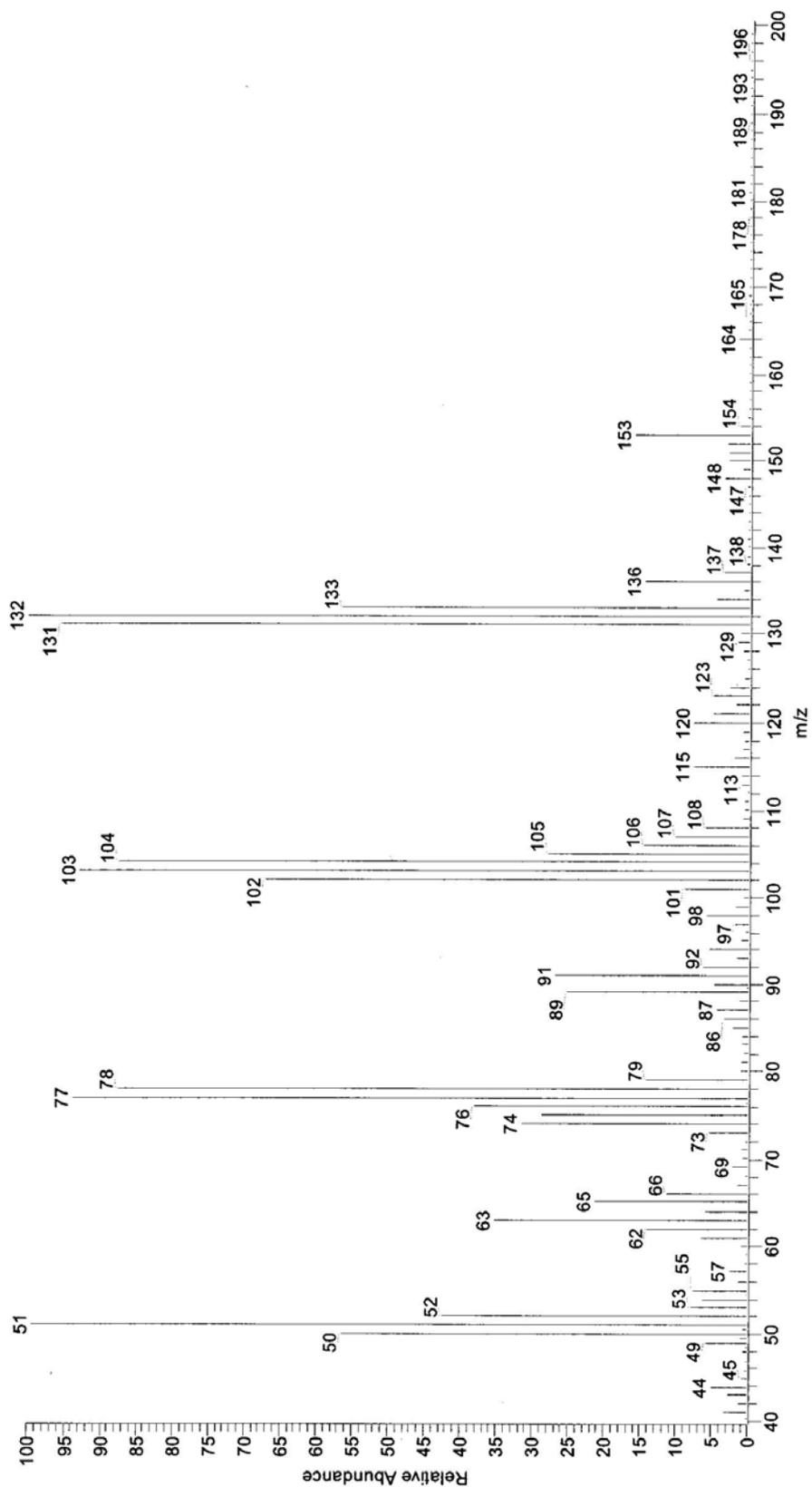
譜圖 1: 從肉桂分離出的香精油的 IR 譜圖



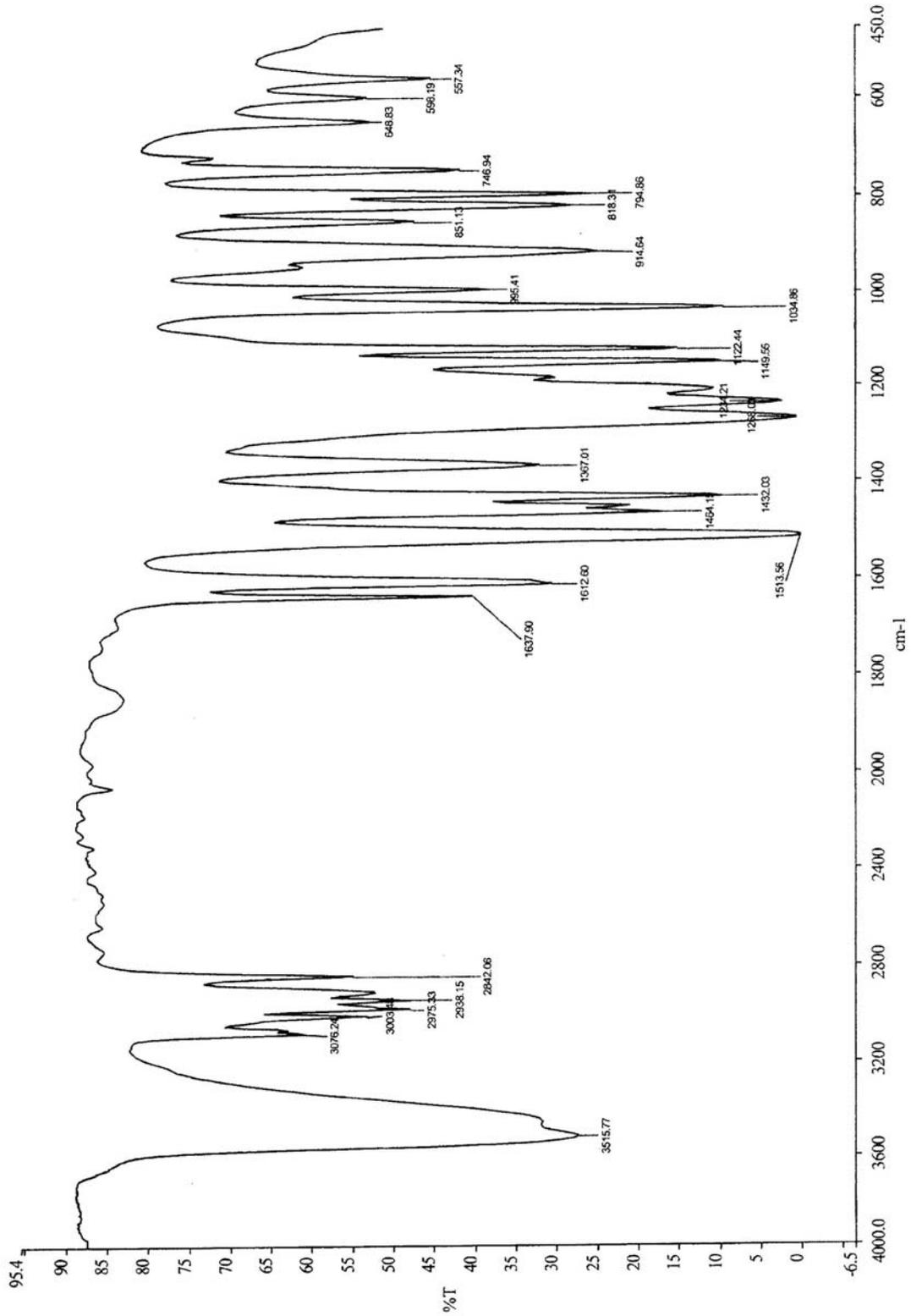
實驗(九)

從常見的香料中分離香精油並利用光譜分析它們的主要成分

譜圖 2: 從肉桂分離出的香精油的質譜圖



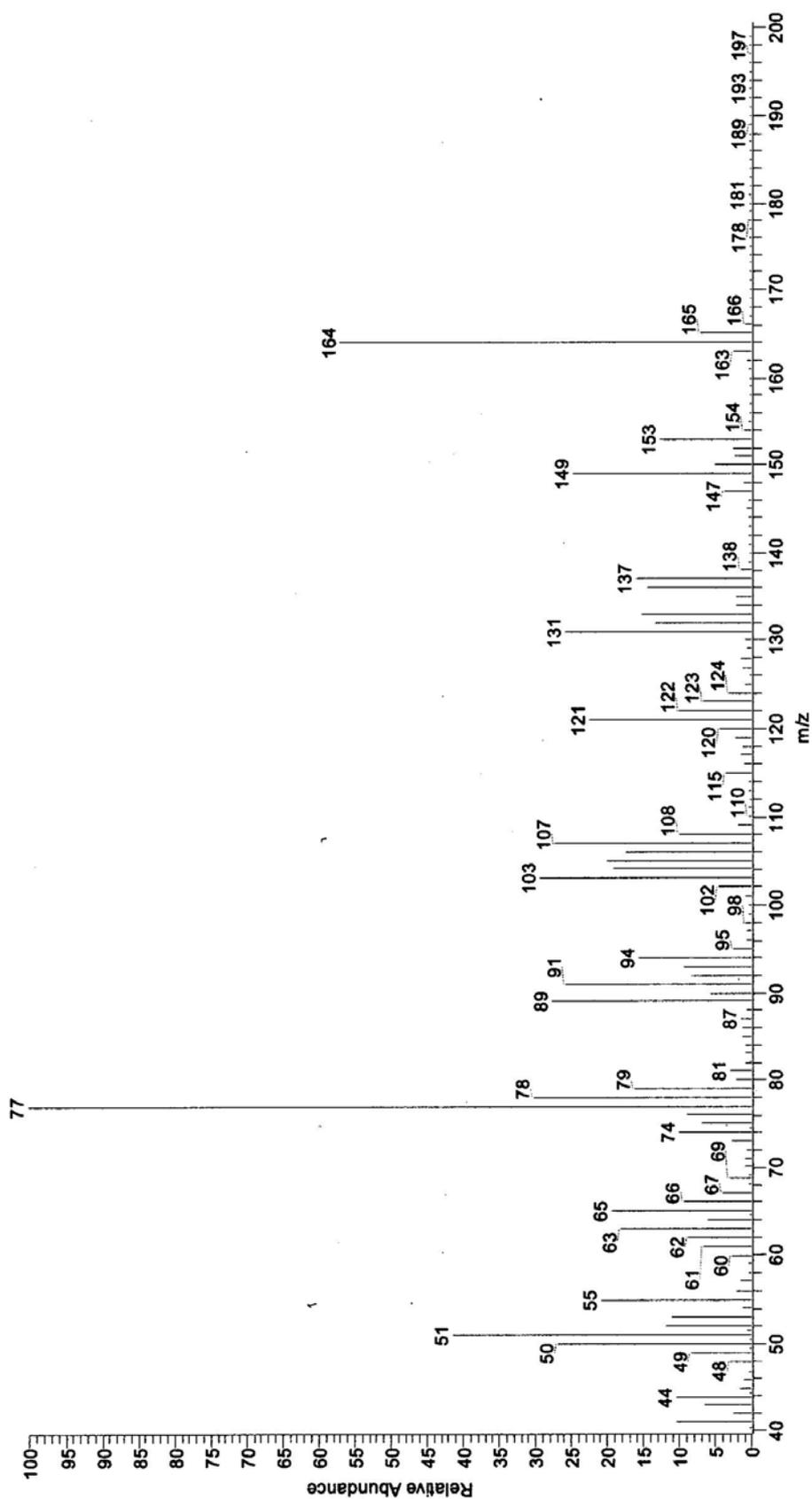
譜圖 3: 從丁香分離出的香精油的 IR 譜圖



實驗(九)

從常見的香料中分離香精油並利用光譜分析它們的主要成分

譜圖 4: 從丁香分離出的香精油的質譜圖



思考題

1. 為何冷水應從水冷凝管的下方開口進入？
2. 簡略解釋為何不應加熱密閉的體系。
3. 把少量無水 MgSO_4 或無水 CaCl_2 加入有機溶液中，其目的是甚麼？
4. 為何必須把簡單蒸餾用的玻璃儀器徹底乾燥？
5. 在測定香精油含量的實驗中，可能存在哪些實驗誤差？
6. 假如給你該香精油的純樣本，要你確定所分離出來的香精油與純樣本是完全相同的，你會建議用哪一個簡單實驗來進行？
7. 指出以下香精油是來自何種植物：
 - (a) 檸檬萜
 - (b) 薄荷醇
 - (c) 檸檬醛
 - (d) 香葉烯
 - (e) 丁子香酚
 - (f) 茴香腦

參考書目

1. D. L. Pavia, G. M. Lampman, G. S. Kriz and R. G. Engel, *Introduction to Organic Laboratory Techniques - Small-Scale Approach*, 1st Ed.; Harcourt Brace, Florida, 1998, pp. 165 - 172.
 2. R. M. Silverstein and F. X. Webster, *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, 6th Ed.; John Wiley & Sons, New York, 1998, pp. 71 - 143.
-