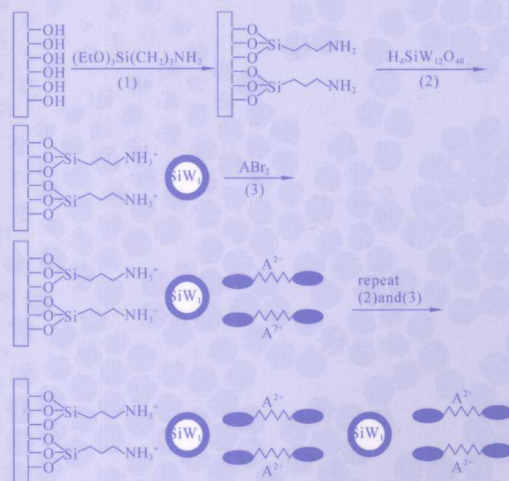




新世纪高等学校教材

化学专业

实验系列教材



申秀民 主编

北京师范大学化学实验教学中心 组编

化学综合实验

HUAXUE
ZONGHE SHIYAN



北京师范大学出版社
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PRESS



新世纪高等学校教材

化学专业

实验系列教材

申秀民 主编

北京师范大学化学实验教学中心 组编

化学综合实验

HUAXUE
ZONGHE SHIYAN



北京师范大学出版社
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

化学综合实验/申秀民主编. —北京:北京师范大学出版社,
2007.6

新世纪高等学校教材. 化学专业实验系列教材

ISBN 978-7-303-08559-0

I. 化… II. 申… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 082686 号

出版发行: 北京师范大学出版社 www.bnup.com.cn

北京新街口外大街 19 号

邮政编码: 100875

出 版 人: 赖德胜

印 刷: 北京京师印务有限公司

装 订: 三河达文装订厂

经 销: 全国新华书店

开 本: 170mm × 230mm

印 张: 13.5

字 数: 243 千字

印 数: 1~2 000

版 次: 2007 年 6 月第 1 版

印 次: 2007 年 6 月第 1 次印刷

定 价: 21.00 元

责任编辑: 吴祖义 装帧设计: 张 虹

责任校对: 李 茵 责任印制: 董本刚

版权所有 侵权必究

反盗版、侵权举报电话: 010-58800697

本书如有印装质量问题, 请与出版部联系调换。

出版部电话: 010-58800825

新世纪高等学校教材
化学系列教材编写指导委员会

顾问	刘伯里	刘若庄	刘知新		
委员	方维海	黄元河	刘正平	王科志	
	欧阳津	成莹	朱琳	王磊	

化学专业实验系列教材
编写委员会(按拼音顺序排名)

胡劲波	蒋福宾	贾志谦	李华民	李君	
李奇	马思渝	申秀民	祖莉莉	张站斌	

北京师范大学化学实验教学中心简介

北京师范大学化学实验教学中心成立于1998年,主要承担化学学院、生命科学学院、环境学院、资源学院、材料科学与工程系五个院系本科生的化学实验教学。“中心”成立以来,对化学实验教学进行大胆改革,本着“厚基础、宽口径、求创新”的实验教改原则,将原来依附于四大化学理论课的实验融合贯通,实验独立设课,构建了“一体化、多层次”的实验教学新体系。“中心”有雄厚的师资和现代化的实验教学设施,实验教学课程由“中心”统一安排,每年担任实验教学的教师超过50人,其中三分之一以上为教授,三分之二以上具有博士学位。教学资源统一管理,实现了科学和高效的基础化学实验教学管理系统。2002年通过了北京市教委“化学基础教学实验中心”实验室评估的合格鉴定,2006年被评为北京市化学实验教学示范中心。实验教学改革项目“本科化学专业实验课程体系改革——课程建设、教学改革及实验中心建设”2005年获北京市高等教育教学成果奖一等奖。

序

北京师范大学化学学院从1998年成立化学实验教学中心开始,对实验教学体系进行全面改革,在一级学科平台上建立了实验教学的新体系。本着“厚基础、宽口径、求创新”的原则,按照“一体化、多层次”的实验教学模式,对实验课程独立设课,将原来依附于四大化学理论课的实验,融合贯通,设为三个层次的实验课程。第一层次为“化学基础实验”,以基本操作训练为主;第二层次为“化学合成实验”和“化学测量与计算实验”,是在第一层次基础上的提高;第三层次为“化学综合设计实验”,以研究性和设计性实验为主,教学重点进入到初步了解化学研究前沿领域以及与化学密切相关学科交叉领域,学习科学研究的基本思路和方法,熟练掌握各种实验技能,应用多种大型仪器进行实验结果测试分析,全面提高学生的综合素质。新的实验教学体系为培养学生的创新意识和创新能力搭建了一个广阔的平台,经过近十年的教学实践,已经取得了丰硕的成果。

实验教学改革过程中,教材建设是不可缺少的重要组成部分。北京师范大学化学实验教学中心在参编了普通高等教育“十五”国家级规划教材《化学基础实验》和《化学合成实验》之后,又组织编写了北京师范大学化学专业实验系列教材:《化学综合实验》《基础化学实验操作规范》《计算化学实验》《化学测量实验》《新编化学合成实验》《有机波谱分析及实验》《化学工程基础实验》。

该化学专业实验系列教材由北京师范大学化学学院一批长期承担化学实验教学的教师积多年实验教学经验编写而成,较全面地涵盖了化学专业的学生在大学四年学习期间所必须掌握的化学实验相关知识和实验技能,同时还涉及部分当今化学研究的前沿领域和与化学密切相关的交叉学科的内容。这套系列教材不仅适合于综合性大学和高等师范院校类的化学专业本科生和研究生使用,也可供从事化学科学研究的人员以及与化学密切相关的交叉学科的研究人员参考。

该化学实验系列教材是实验教学改革的成果,改革是一个不断完善的过程。希望通过实验教学的改革、实验教材的建设,进一步提高高等院校的实验教学水平,培养更多的综合素质好、实验技能高的化学专业人才。

方维海

2007.5

前 言

“化学综合设计实验”是在实验教学改革中新增的一门实验课程。开设这门综合实验课程,旨在使学生初步了解化学研究前沿领域以及与化学密切相关的学科交叉领域,学习科学研究的基本思路和方法,熟练掌握各种实验技能和应用多种大型仪器进行测试分析,全面提高学生综合科研素质。

本书以讲义的形式从1999级到2004级已经试用了6年,现以教材形式正式出版,共包括25个综合性研究型实验(每个实验24~34实验学时),内容涉及无机、分析、有机、物化、高分子、化工、教法等多个二级学科,以及生化、药化、材料等与化学密切相关的交叉学科,其中绝大部分实验内容涵盖了两个或两个以上二级学科的知识。大多数实验是从北京师范大学化学学院近十年教师科研项目成果中提炼出来的,适合本科阶段综合性研究型实验教学内容的要求。承担该课程的教师经过多年的教学实践,为教材编写积累了相当丰富的经验。书中一半以上的实验内容是以有机合成、无机制备以及高分子合成为主,结合产物结构表征、性能测试等,大多数实验涉及大型仪器的应用,可以较为全面地训练学生的综合能力。部分实验后面附有与该实验研究相关的阅读资料,以拓宽学生的研究视野和进一步提高实验技能。同时,每个实验后面都有思考题和参考文献,教材在最后附有“化学文献简介”和“撰写科研论文的基本格式”,供读者阅读参考。

本书适合于开放性化学实验教学,化学专业高年级学生可从中选做4~5个实验,每个实验需要5~7个单元不等。一些实验可以经过教师引导,学生查阅文献、设计实验步骤、小组讨论等环节后,在周末或其他时间,利用开放实验室由学生自主完成。部分实验则可根据实验室及仪器设备条件,由教师预约仪器,统一安排实验。

教材建设是一个不断积累和继承的过程。本书由二十多位实验教学经验丰富的教师参加编写,是集体智慧的体现。各实验具体编写者均注于该实验内容之后。全书由申秀民主编,并负责统稿。

本书可作为综合性大学和高等师范院校类的高年级本科生和研究生的实验教材,也可供从事化学工作的科研人员以及与化学密切相关的交叉学科的研究人员参考。

在此谨向支持和帮助该项工作的北京师范大学教务处、分析测试中心、化学学院以及出版社的同事们表示衷心的感谢。

由于编者水平所限,书中错误和不妥在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

2007.3

目 录

实验一	2,6-吡啶二甲醛的合成及产物结构表征	(1)
实验二	(±)- α -2-萘乙胺的合成与拆分	(5)
实验三	手性溶剂化试剂的合成及对扁桃酸对映体含量的测定	(11)
实验四	1-苯基-1,2-环己二醇的合成及产物结构表征	(18)
实验五	手性胺诱导不对称合成及其拆分	(21)
实验六	酰胺键缩合试剂 DEPBT 的合成	(25)
实验七	利用选择性溴化剂合成对溴苯胺及产物结构表征	(30)
实验八	金属配位聚合物的水热合成、结构及性质研究	(35)
实验九	纳米氧化铁的制备和物相表征	(43)
实验十	静电自组装薄膜的制备和研究	(48)
实验十一	络合吸附波及其茶叶中铜的测定	(58)
实验十二	酶催化蔗糖转化反应	(62)
实验十三	C ₆₀ 电化学性质的测试	(77)
实验十四	以单分散聚苯乙烯乳胶有序膜为模板制备二氧化硅 三维有序孔材料	(82)
实验十五	聚丙烯酸类超强吸水剂的制备和性能测试	(88)
实验十六	聚乙烯表面紫外接枝改性及表征	(92)
实验十七	核/壳结构导电聚合物复合材料的制备与表征	(104)
实验十八	硬质及软质 PVC 棒材的成型加工与测试表征	(110)
实验十九	超滤回收聚乙二醇的研究	(118)
实验二十	孔板流量计的设计、制作和标定	(124)
实验二十一	胶束体系中吡啶类铜锌配合物对羧酸酯的催化水解 反应研究	(129)
实验二十二	锝[^{99m} Tc]-葡庚糖酸盐(GH)的制备及小鼠生物分布 研究	(136)
实验二十三	醋酸棉酚的制备和细胞凋亡实验	(148)
实验二十四	中药丹参、白芷中有效成分的提取、分离及定性分析	(156)
实验二十五	基于传感技术的中学化学实验探究	(171)
附录一	化学文献简介	(186)
附录二	撰写科研论文的基本格式	(204)

实验一 2,6-吡啶二甲醛的合成及产物结构表征

【实验目的】

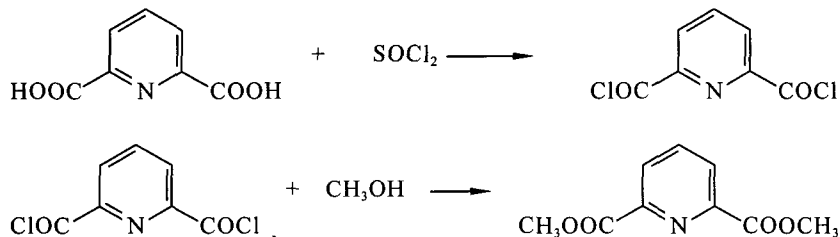
1. 学习酯化反应、酯的还原的方法.
2. 学习查阅文献, 参考文献进行多步有机合成.
3. 学习液-液连续热提取化合物的方法.
4. 学习用薄层层析(TLC)跟踪反应进程.
5. 学习利用红外光谱、核磁共振谱表征有机化合物的结构.

【实验原理】

2,6-吡啶二甲醛是有机合成中重要的中间体, 可进一步和伯胺反应形成西佛碱, 制备含氮大环化合物等. 2,6-吡啶二甲醛可由廉价的 2,6-吡啶二甲酸为起始原料, 经三步合成得到. 第二步产物 2,6-双(羟甲基)吡啶在水中的溶解度大于在有机溶剂中的溶解度, 用一般的萃取方法难以将产物萃取出来. 本实验采取液-液连续热提取化合物的方法, 将其进行抽提纯化.

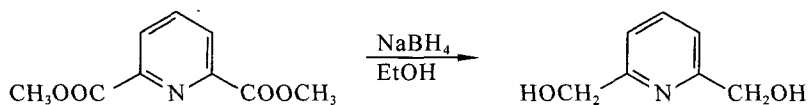
1. 2,6-吡啶二甲酸二甲酯的制备

由羧酸先转化为酰氯, 再经过酰氯的醇解得到相应的羧酸酯. 此方法虽然是两步, 但酰氯往往不用分离而直接进行醇解, 产率高达 95%.



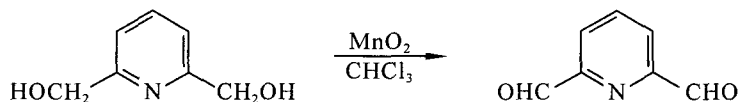
2. 2,6-双(羟甲基)吡啶的制备

一般情况下硼氢化钠(NaBH_4)不能将酯还原, 但 2,6-吡啶二甲酸二甲酯很容易被 NaBH_4 还原为相应的醇, 产率可达 93%.



3. 2,6-吡啶二甲醛的制备

由伯醇氧化为相应的醛常用氯铬酸吡啶(PCC)为氧化剂,但该实验用PCC为氧化剂则不成功.据文献报道,用活性 MnO_2 氧化 2,6-双(羟甲基)吡啶为相应的二醛,产率为 54%.



【仪器和试剂】

1. 仪器

常规合成用磨口玻璃仪器,电磁搅拌器,旋转蒸发仪,循环水泵,烘箱,熔点仪.

2. 试剂

2,6-吡啶二甲酸,硼氢化钠,碳酸钾,亚硫酸氯,高锰酸钾,硫酸锰,无水甲醇,无水乙醇,丙酮,氯仿.

【实验步骤】

以下各步反应,根据反应情况选择适当的反应瓶.

1. 2,6-吡啶二甲酸二甲酯的制备

称取 3.34 g (20 mmol) 2,6-吡啶二甲酸于反应瓶中,小心加入 25 mL SOCl_2 ,装上带干燥管的回流冷凝管,在油封水浴下搅拌回流 2 h,蒸出过量 SOCl_2 (回收可再用),冷却,在冰水浴搅拌下缓缓滴加 25 mL 无水甲醇,加热回流 1 h,蒸出大部分甲醇,析出固体.冰水浴冷却后,抽滤,用少量冷甲醇洗涤,得白色晶体,红外灯下干燥,称重,计算产率(文献产率:95%)并用熔点仪测其熔点(m. p. 为 $120\sim 121^\circ\text{C}$).

2. 2,6-双(羟甲基)吡啶的制备

将以上得到的 2,6-吡啶二甲酸二甲酯置于反应瓶中,加入 50 mL 无水乙醇,冰水浴,电磁搅拌下分批加入 3 倍 2,6-吡啶二甲酸二甲酯物质的量的 NaBH_4 ,0.5 h 后撤去冰水浴,室温搅拌 0.5 h 后缓缓回流 1 h,停止反应.旋蒸除去乙醇,加入 12 mL 丙酮,再旋蒸除去丙酮,加入 12 mL 饱和

K_2CO_3 , 加热缓缓回流 1 h, 旋蒸除去水. 剩余物趁热加水 30~40 mL 使固体溶解, 将溶液转移至 100 mL 恒压滴液漏斗中, 用氯仿进行热抽提(如图 1-1 所示). 抽提结束后, 若瓶底有少量不溶物(为无机盐), 趁热将溶液转移至茄形烧瓶中, 水浴加热蒸出大部分氯仿(回收可再用于抽提), 冷却析出白色晶体, 抽滤, 红外灯下干燥, 称重, 计算产率(抽提 2 h, 产率大约 50%; 抽提 5 h, 产率大于 80%; 抽提 8 h, 产率可达到文献值 93%). 测熔点(m. p. 为 114~115℃).

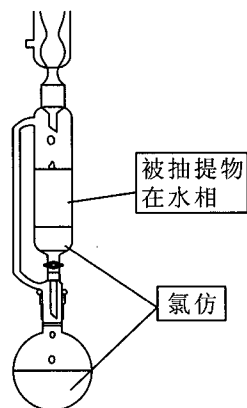


图 1-1 氯仿热抽提示意图

3. 2,6-吡啶二甲醛的制备

将 1.39 g(10 mmol) 2,6-双(羟甲基)吡啶溶于 90 mL 氯仿中, 室温下加入活性 MnO_2 搅拌回流, TLC 跟踪反应, 直到原料完全消失(0.5~2 h)时停止反应. 经硅藻土过滤 MnO_2 , 用 50 mL 氯仿分几次洗涤 MnO_2 , 合并氯仿液, 水浴加热蒸出大量氯仿(回收可再用), 得 2,6-吡啶二甲醛白色晶体, TLC 检验纯度, 产率约为 50%(文献产率 54%, m. p. 为 117~118℃). 如果 TLC 检验产物不纯, 可用柱层析进行纯化.

【思考题】

1. 一般的酯不能被硼氢化钠还原, 而该实验中 2,6-吡啶二甲酸二甲酯却能被硼氢化钠还原, 试加以解释.

2. 参考文献 2 和 4, 说说 2,6-双(羟甲基)吡啶除了可以氧化为 2,6-吡啶二甲醛以外, 双羟甲基还可转化为何种基团?

3. 本实验用恒压滴液漏斗作为替代仪器, 以氯仿为溶剂, 从轻溶液中热提取化合物. 试设计其他实验装置, 用轻溶剂(如乙酸乙酯)从重溶液(水)中热抽提化合物.

【附 注】

1. 活性二氧化锰的制备

8 g KMnO_4 加水 50 mL, 沸水浴中加热使 KMnO_4 溶解; 13 g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶于 5 mL 水中, 用玻璃棒搅拌热的 KMnO_4 溶液并将 MnSO_4 溶液加到其中, 在沸水浴下用玻璃棒继续搅拌 15 min, 冷却, 抽滤; 用热水洗涤, 抽干. 在 110~120℃ 烘 1~2 h, 研细后再烘 3 h.

2. 实验注意事项

(1) 实验第一步“2,6-吡啶二甲酸二甲酯的制备”中, 亚硫酰氯必须在通风橱中使用. 如实验室通风橱数量有限, 可由教师制备 2,6-吡啶二甲酰氯. 具体方法是: 2,6-吡啶二甲酸与亚硫酰氯反应完全后, 蒸出过量亚硫酰氯, 再加入适量石油醚, 蒸馏带出剩余亚硫酰氯, 析出固体, 抽滤干燥, 得 2,6-吡啶二甲酰氯(反应回流 5~6 h, 产率可达 98%). 2,6-吡啶二甲酰氯的熔点 m. p. 为 63~64℃. 所得产物可在保干器中保存 1~2 d, 由学生继续进行醇解.

(2) 2,6-双(羟甲基)吡啶产物热抽提过程(约 5 h)中, 学生不能离开实验室, 必须随时调节氯仿的回流速度和恒压滴液漏斗的放液速度, 以保证水相不进入反应瓶. 学生可利用这段时间同时制备活性二氧化锰. 二氧化锰烘好后, 关掉烘箱电源, 不要打开烘箱, 将制备好的活性二氧化锰在烘箱中保存到第二天, 用于氧化反应(活性二氧化锰置于保干器中保存数天, 活性略有下降).

(3) 2,6-吡啶二甲醛的制备中, 如果二氧化锰的活性不好或量不足, 有可能导致氧化不彻底而有单羟甲基单醛产物. 此时可用柱层析进行纯化, 洗脱剂为石油醚、二氯甲烷和丙酮的混合溶剂($V_{\text{石油醚}} : V_{\text{二氯甲烷}} : V_{\text{丙酮}} = 50 : 50 : 10$), 收集合并纯组分, 蒸出二氯甲烷和大部分石油醚后析出白色针状晶体. TLC 检验为单一产物——2,6-吡啶二甲醛.

【参考文献】

- [1] AI L, XIAO J C, SHEN X M, ZHANG C. A facile synthesis of chiral polyazamacrocycles and the VV spectroscopic and CD spectra studies on metal complexes[J]. Tetrahedron Lett, 2006, 47: 2371-2375.
- [2] TIEZE L F, EICHER T. 精细有机合成——有机化学实践中的反应与合成[M]. 张进祺, 译. 南京: 南京大学出版社, 1999.
- [3] PAPADOPOULOS E P, JARRAR A, ISSIDORIDES C H. Oxidations with manganese dioxide[J]. J. org. Chem., 1996, 31: 615-616.
- [4] REZZONCIO B, GRIGNON-DUBOIS M. An efficient synthesis of 2,6-bis(chloromethyl) pyridine and a [5,5](2,6) pyridionphane disulfite [J]. Journal of Chemical Research: Synopses, 1994, (4): 142-143.

(申秀民)

实验二 (±)- α -2-萘乙胺的合成与拆分

【实验目的】

1. 通过 2-萘乙酮与甲酸铵反应生成(±)- α -2-萘乙胺, 学习醛、酮与伯胺的反应——刘卡特反应(R. Leuchart reaction).
2. 学习用化学方法将外消旋的化合物拆分为其对映异构体.
3. 学习用旋光仪测定化合物的旋光度.

【实验原理】

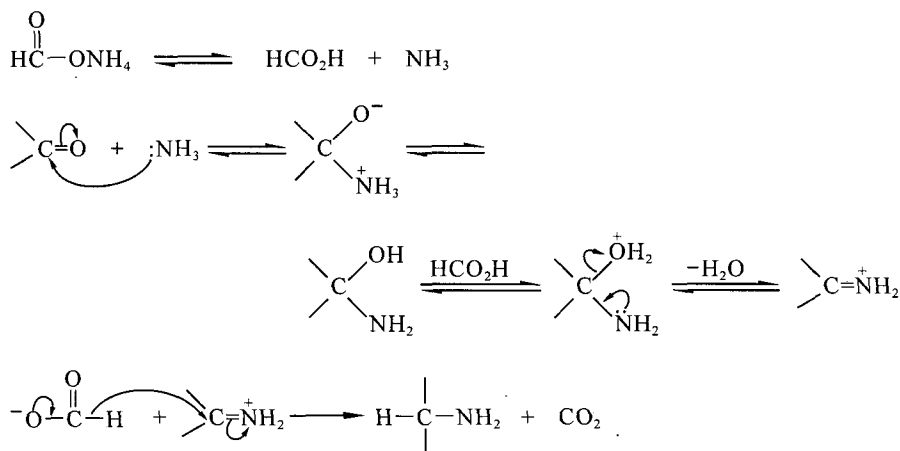
手性是人类赖以生存的自然界的本质属性之一. 生命现象中的化学过程都是在高度不对称的环境中进行的. 在机体的代谢和调控过程中所涉及物质(如酶和细胞表面的受体)一般也都具有手性, 在生命过程中发生的各种生物—化学反应过程均与手性的识别和变化有关. 治疗疾病用的药物因为参与人体内某一部分的生物化学过程和反应, 所以不同的构型将会产生不同的生理活性和药理作用. 20 世纪 60 年代发生在欧洲的药物“反应停”致胎儿畸形事件就是一个典型的例子. 在这一特殊的发展领域中, 许多机遇和挑战来自于对药物的研究. 基于手性化合物在化学、生物化学和药物化学中的重要性, 如何获得光学纯的手性化合物的研究就成为有机合成研究领域中的热门课题. 外消旋体拆分、化学计量不对称合成(也称手性合成)和不对称催化反应是以化学手段获得光学活性物质的三种途径.

对映体纯的 α -2-萘乙胺是在不对称合成中广泛使用的手性试剂和作为对外消旋体拆分的拆解剂. 本实验利用具有潜手性中心的化合物 2-萘乙酮为反应底物, 经刘卡特反应(R. Leuchart reaction)合成外消旋 α -2-萘乙胺, 并用化学方法进行拆分, 得到光学纯的(S)-构型和(R)-构型的 α -2-萘乙胺.

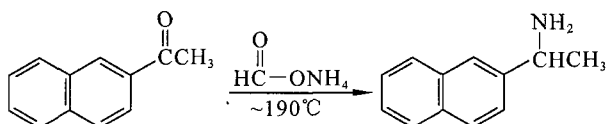
1. 刘卡特反应(R. Leuchart reaction)

醛、酮与甲酸和氨(或伯、仲胺), 或与甲酰胺作用发生还原胺化反应, 称为刘卡特反应. 反应通常不需要溶剂, 将反应物混合在一起加热(100~180℃)即能使反应发生. 选用适当的胺(或氨)可以合成伯、仲、叔胺. 反应

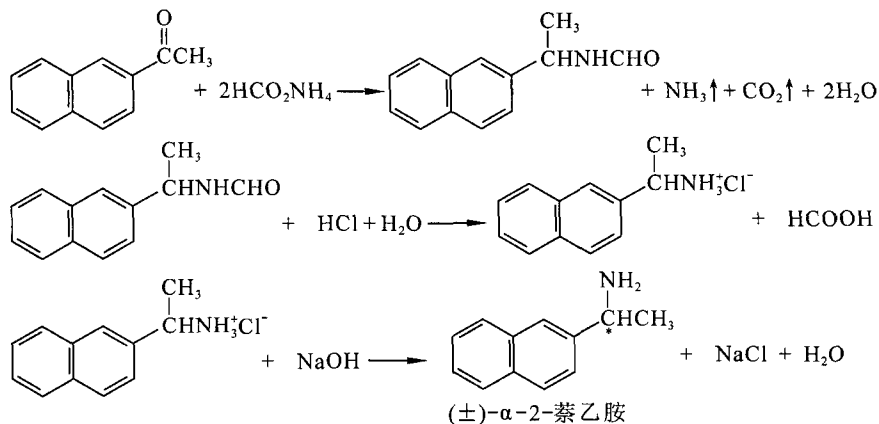
中氮首先与羰基发生亲核加成，接着脱水生成亚胺，亚胺随后被还原生成胺。该实验中，用甲酸铵作为反应物质一方面可以提供氮，另一方面甲酸又可以作为还原剂。



2-萘乙酮在高温下与甲酸铵反应得到(±)-α-2-萘乙胺：



具体反应过程为：



2. (±)-α-2-萘乙胺的拆分原理

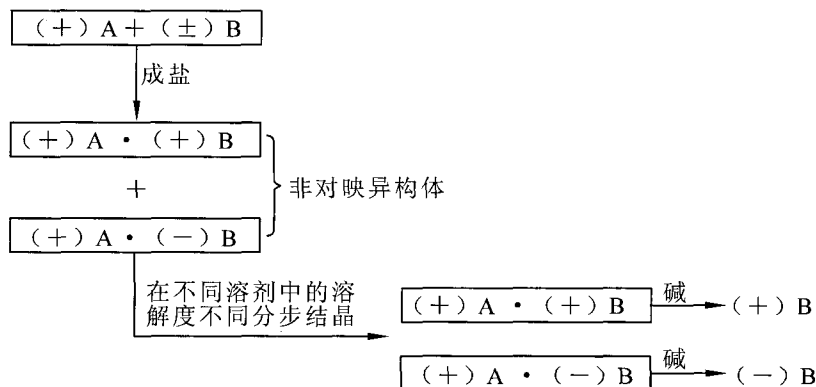
用化学方法拆分外消旋体，其原理是用旋光性试剂把外消旋的对映异构

体变成可分离的非对映异构体混合物，再利用非对映异构体的物理性质不同，将其分离。常用的方法是利用有旋光性的有机酸(或有机碱)与外消旋的有机碱(或有机酸)反应得到两种非对映异构体的盐，再利用它们在某种溶剂中的溶解度不同，用分步结晶法将它们逐一分离纯化。

本实验采用 L-(+)-酒石酸与(±)-α-2-萘乙胺反应，产生两个非对映异构体的盐。这两个盐在甲醇和水中的溶解度有显著差异，可以用分步结晶法将它们分离开来。然后再分别用碱对这两个已分离的盐进行处理，就能使(S)-α-2-萘乙胺及(R)-α-2-萘乙胺分别游离出来，从而获得具有光学活性的(S)-α-2-萘乙胺及(R)-α-2-萘乙胺。

拆分过程如下所示：

外消旋体的拆分——用手性的酸(A)拆分外消旋的碱(B)



【仪器和试剂】

1. 主要仪器

合成用常规磨口玻璃仪器，电磁搅拌器，电热套，旋转蒸发仪，循环水泵，旋光仪。

2. 试剂

2-萘乙酮，甲酸铵，L-(+)-酒石酸，盐酸，氢氧化钠，无水硫酸钠，甲苯，乙醚，甲醇。

【实验步骤】

1. (±)-α-2-萘乙胺的制备

在三口烧瓶中加入 4.6 g(0.027 mol)2-萘乙酮、6.3 g(0.10 mol)甲酸铵

及几粒沸石, 温度计插入反应混合物中, 装分水回流装置. 用电热套缓缓加热三口烧瓶, 混合物先熔成两层, 大约 160°C 时逐渐变为均相. 沸腾下有水馏出, 同时不断产生泡沫放出氨气和二氧化碳气体. 待水基本分完、温度达 190°C , 然后控温 $190\sim 200^{\circ}\text{C}$ 继续反应 1 h.

反应混合物冷却后加入 8 mL 浓盐酸、4 mL 水和几粒沸石, 慢慢加热回流 40 min. 冷却后加入 10 mL 甲苯和适量水, 用玻棒搅拌使杂质溶于甲苯, 将反应混合物转移至烧杯中, 玻璃棒搅拌下加水使盐溶解(水总量约 $150\sim 200\text{ mL}$). 转移至分液漏斗中, 用力振摇使下沉的油状物全部溶解, 分液漏斗中混合物分为两层(上层为甲苯萃取的杂质). 分出甲苯层, 水层每次用 10 mL 甲苯继续萃取两次(尽量分净甲苯), 将甲苯萃取液倒入废液回收瓶.

水相加入固体氢氧化钠至 $\text{pH}>11$ ($\text{NaOH } 5\sim 6\text{ g}$), 用 50 mL 乙醚分 3 次萃取, 合并萃取液, 用无水硫酸钠干燥. 除去干燥剂, 水浴蒸馏回收乙醚, 再用水泵减压旋蒸除尽溶剂, 得(±)- α -2-萘乙胺粗产品约 3 g. 进一步纯化可用减压蒸馏, 在 0.399 kPa 收集 $196\sim 200^{\circ}\text{C}$ 馏分. 用橡胶塞塞好瓶口, 以备拆分实验使用.

2. (±)- α -2-萘乙胺的拆分

(1) S-(−)- α -2-萘乙胺-L-(+)-酒石酸盐

选适当的容器(最好是茄形瓶或锥形瓶, 以便转移固体)放入与(±)- α -2-萘乙胺等物质的量的 L-(+)-酒石酸, 加入甲醇(按每 0.1 mol 胺加 250 mL 甲醇计算, 可过量 10%), 电磁搅拌下加热回流使酒石酸全部溶解. 停止加热和搅拌, 趁热用洁净的吸管往酒石酸甲醇溶液中慢慢加入制备好的(±)- α -2-萘乙胺, 加毕, 搅拌微热回流使溶液清澈透明, 将溶液慢慢冷却静置 24 h 以上, 析出白色固体.

为确保 S-(−)- α -2-萘乙胺-L-(+)-酒石酸盐纯净, 而不粘有 R-(+)- α -2-萘乙胺-L-(+)-酒石酸盐, 过滤前先不要搅动固体, 将清澈母液经一普通漏斗转入圆底瓶中, 加少量甲醇于盛有固体的容器中, 洗涤固体. 洗涤固体的甲醇合并到以上盛母液的圆底瓶中(母液保留), 用希氏漏斗抽滤, 再用少量甲醇洗涤固体, 抽干, 红外灯下干燥产品, 称重保存, 计算拆分率.

拆分率是以合成的外消旋的胺为基准量, 计算理论上应成盐的量(一个异构体为 1/2)为理论拆分量.

$$\text{拆分率} = \frac{\text{实际得盐量}}{\text{理论拆分量}} \times 100\%$$

拆分率越高, 说明合成的外消旋的胺纯度越高(如拆分前胺未经过减压蒸馏纯