

ECNU-NDT 联合实验室

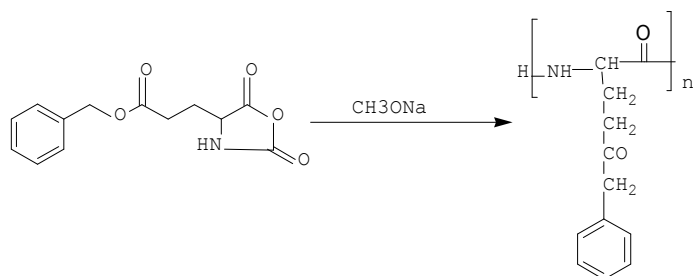
文件类别及编号：（实验）SOP- 3.2

版次：01

PGA-ester 合成标准操作规程		修订年份：2012 年
修 订 人：束英毅	审 核 人：	批 准 人：
修订日期：2012. 9	审核日期：	批准日期：
颁发部门：	分发部门：	生效日期：

PGA-ester 合成标准操作规程

1. PGA-ester 反应式



2. 试剂和材料

试剂和材料	供应商	投料量 (g)	体积(ml)	mmol	分子量	当量比	CAS#
NCA-ester	自制	200.0		759.73	263.25	1.0	
甲醇钠	Sigma	0.8208		15.2	54	0.02	124-41-4
无水甲醇	国药		15.2				32315-10-9
1,4-二氧六环(重蒸)	国药		3848+152				123-91-1
无水乙醇	国药		40000+8000+ 1600				64-17-5

3: 试剂准备：1,4-二氧六环重蒸方法：

3.1. 反应容器和材料：10L 三口反应瓶,搅拌杆，套管，量筒于 110℃烘干过夜。

3.2. 外购 1,4-二氧六环 5L 倒入反应瓶，将切碎的金属钠缓缓加入反应瓶中，机械搅拌 200-250rpm，加热回流过夜。

3.3. 次日，常压蒸馏得到 1,4-二氧六环，密封保存。

4. 合成操作步骤：

4.1. 准备反应容器和材料：5L 三口反应瓶,搅拌杆,套管,加料漏斗,量筒于 110℃ 烘干过夜，反应当天取出后氮气干燥 5min。

4.2. 将 NCA-ester 从-20℃取出后，自然上升至室温。

4.3. 22℃水浴环境下，将 3500ml 1,4-二氧六环加入 10L 三口反应瓶中后，机械搅拌 200-250rpm。缓缓投入 NCA-ester，在 22℃水浴环境下搅拌溶解，随后加入剩余约 350ml 1,4-二氧六环，反应液澄清。

4.4. 将 N₂ 于反应液液面以下通入，维持 N₂ 通入约 15min。

4.5. 精密称甲醇钠固体，以 15.2ml 甲醇溶解，加入 152ml 1,4-二氧六环稀释。加入甲醇钠溶液，搅拌 1hr。1hr 后停止搅拌，移去搅拌杆，22℃水浴环境下静止 72hr。

4.6. 静止 72hr 后，反应液为较为粘稠略带乳光的澄清液体。

4.7. 将每 1/4 反应液加入 3000ml 乙醇的 5L 烧杯中，析出白色纤维状固体，机械搅拌 300-400rpm，10min，减压过滤，2×200ml 乙醇洗涤，过滤抽干。

4.9. 重复操作 7 三次以上。

4.10. 收集所有白色纤维状固体，加入有 4000ml 乙醇的 5L 烧杯中，机械搅拌 300-400rpm，10min。停止搅拌，沉降 1hr。减压过滤，4×200ml 乙醇洗涤。抽干后得到白色纤维固体。

4.11. 重复操作 9 一次以上。

4.12. 将白色纤维固体放置于托盘，风干过夜。次日真空干燥至恒重，得到最终产物。

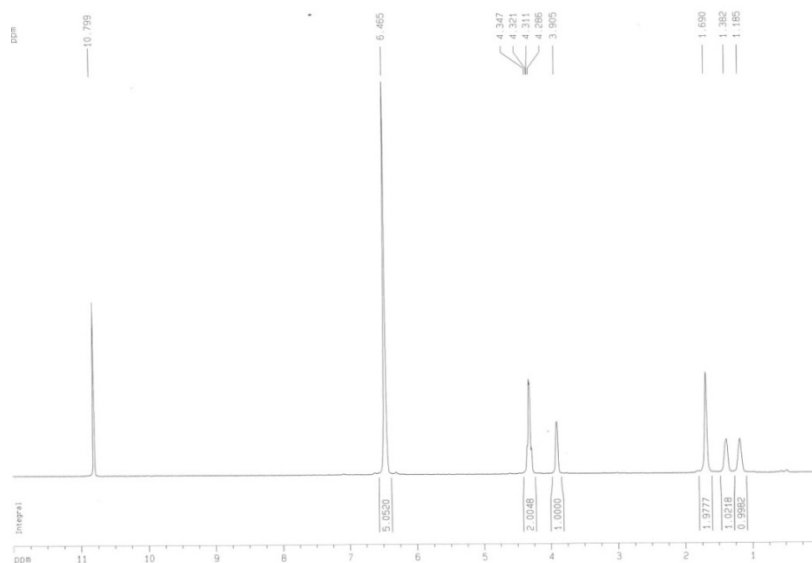
4.13. 产物保存条件：-20℃密封保存

4.14. 产物质量标准：

4.14.1. 产物产率为 78.31-81.32%；

4.14.2. 将产物溶解于 TFA 中，NMR 检查无杂质峰；

标准 NMR 图谱



4.14.3. GPC 检测分子量约为 110-130 kDa.

4.15. 可能出现的问题:

4.15.1. 产物 NMR 图谱上在 2.0 ppm 附近有杂质峰, 需重新真空干燥产物。

4.15.2. GPC 分子量过低, 需重新制备合格产品的 NCA-ester。

4.16. 安全措施

4.16.1. 所有接触该反应的操作人员都应做好防护工作, 包括工作服, 口罩, 手套, 防毒面具。整个反应都应在有良好通风的环境下进行。

4.16.2. 在重蒸 1,4-二氧六环过程中, 在剪切金属钠过程中注意做好个人防护。完毕后缓慢加入乙醇溶液中和处理, 然后将废液倒入废液桶。