

ECNU-NDT 联合实验室

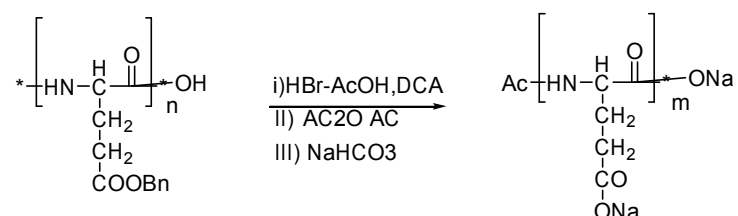
文件类别及编号：（实验）SOP- 3.4

版次：01

cPGA-Na 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：

cPGA-Na 合成标准操作规程

1. cPGA-Na 反应式



2. 试剂和材料

试剂和材料	供应商	投料量 (g)	体积(ml)	摩尔 mmol	分子量	当量比
PGA -ester	自制	100		456.6	219	1.0
33%溴化氢-乙酸溶液	Alfa Aesar		350	2002	81	87.4
二氯乙酸	Alfa Aesar		4000			
乙酸酐	国药		0.98	8.88	102.09	3
丙酮	国药		200+4000+4000			
无水正己烷	国药		4000			

3. 试剂准备：茚三酮溶液

称量 100mg 茚三酮溶液，加入 10ml 无水乙醇，1ml 吡啶，搅拌溶解后，备用。

4. 合成步骤：

4.1. 10L 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 4000ml 二氯乙酸投入 10L 三口反应瓶后，28℃水浴环境下加入 100gPGA-ester，机械搅拌 200-250rpm，搅拌过夜。

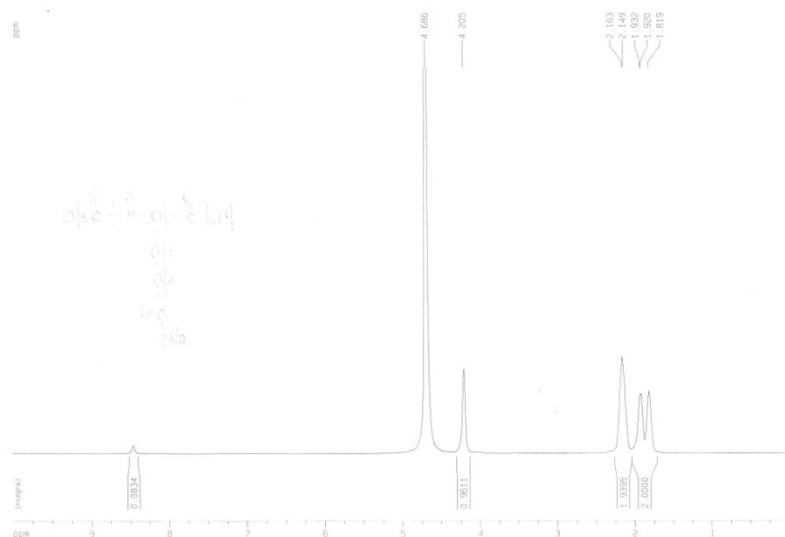
- 4.3. 次日加入 350ml33%溴化氢-乙酸溶液，控制 $28\pm0.5^{\circ}\text{C}$ 水浴环境，反应 4hr。
(视 PGA-Na 提供的分子量-时间曲线而定)
- 4.4. 停止搅拌，加入 4000ml -20°C 无水正己烷，白色固体析出。机械搅拌 200-250rpm，搅拌 10min 后静置 30min，使固体充分沉降，抽去上层清液。
- 4.5. 加入 4000ml 丙酮，机械搅拌 200-250rpm，搅拌 10min 后静置 30min，使固体充分沉降，抽去上层清液。
- 4.6. 重复步骤 5。
- 4.7. 减压过滤，2000ml \times 2 丙酮洗涤，抽干后得到白色固体。
- 4.8. 白色固体用 3000ml H_2O 搅拌溶解，1NNaOH 调节 $\text{PH}=8.0\pm0.5$ ，磁力搅拌 500rpm，室温搅拌过夜。
- 4.9. 次日用 1NNaOH 调节至 11.0，磁力搅拌 500rpm，室温搅拌 2hr。
- 4.10. 过滤，收集滤液。
- 4.11. 停止搅拌，将溶液以去离子水稀释至 5L，TFF ($3\times 5\text{Ka}$) 透析。TFF 结束标准：废液测试电导和酸碱度，收集废液 20-25L，测试电导 $<0.05\text{ms/cm}$ ，记录废液数据。浓缩 PGA-Na 反应液约 2L，过滤。
- 4.12. 将 50mlPGA-Na-浓缩液冻干，待测 GPC。
- 4.13. 其余大部 PGA-Na 浓缩液，磁力搅拌 500rpm，1ml 浓缩原液+0.5ml 茛三酮溶液，待检测使用。
- 4.14. 加入乙酸酐 0.98ml 与丙酮 200ml 的混合溶液。反应 15min 后取 1ml 反应液+0.5ml 茛三酮溶液。
- 4.15. 浓缩液和反应液在沸水中煮 3min 后观察颜色变化。
- 4.16. 反应 30 min 后取 1ml 反应液+0.5ml 茛三酮溶液。和浓缩液在沸水中煮 3min 后观察颜色变化。
- 4.17. 反应结束后 1NNaOH 调节至 11.0，磁力搅拌 500rpm，室温搅拌 2hr。
- 4.18. 停止搅拌，将溶液以去离子水稀释至 5L，TFF ($3\times 5\text{Ka}$) 透析。废液测试电导和酸碱度，收集废液 20，测试电导 $<0.05\text{ms/cm}$ ，记录废液数据。浓缩 cPGA-Na 溶液至 2L。过滤。
- 4.19. 冻干所得到的 cPGA-Na 浓缩液，得到最终产物。
- 4.20. 产物保存条件： -20°C 密封保存。

4.21. 产物质量标准:

4.21.1 产物收率在 89-95%

4.21.2. 将产物溶解于 D2O 中, NMR 检查无杂质峰。

标准 NMR 图谱



4.21.3. GPC 检测分子量在 4-5 小时是分子量约为 20kDa。

4.22 安全措施: 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