

ECNU-NDT 联合实验室

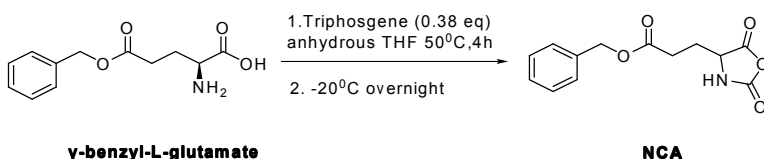
文件类别及编号：（实验）SOP- 3.1

版次：01

NCA-ester 合成标准规程		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：

NCA-ester 合成标准操作规程

1. NCA 反应式



2.试剂和材料

试剂和材料	供应商	投料量（g）	体积(ml)	mol	分子量	当量比	CAS#
H-Glu(OBzl)-OH	吉尔生化	200.0		0.84	237.25	1.0	
三光气	吉尔生化	95.12		0.32	296.75	0.38	6485-79-6
四氢呋喃	国药		2000				109-99-9
乙酸乙酯	国药		2000				
无水正己烷	国药		2000+2000				

3.合成操作步骤：

3.1.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 10min。

3.2.将 1800ml 四氢呋喃投入三口反应瓶后，加入固体 200g H-Glu(OBzl)-OH 后机械搅拌,200-250rpm。N₂ 保护下，加入粉碎的 95.12g 三光气固体搅拌，然后倒入剩余的 200ml 四氢呋喃。50℃水浴环境下，N₂ 保护，反应 4hr。2hr 后反应液澄清。

4. 可能出现的问题:

3.8.1 制备过程中, 50℃反应液 4 小时后仍未澄清, 需再补充投入 20%三光气继续反应 2 小时, 直至反应液变为澄清溶液;

3.8.2 产物溶解在氯仿中不溶解或为混浊溶液, NMR 在 2.0 ppm 附近有杂质峰, 或 5g NCA-ester 反应制备 PGA-ester 过夜后为乳白色溶液, 或者粘度较小, 需重新真空干燥产物。

5 安全措施

5.1 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。

5.2 三光气在整个投料过程中, 其所接触的烧杯, 药勺, 镊子等物均应在投料完毕后加入至碳酸氢钠的溶液中中和处理, 然后倒入废液桶。