

ECNU-NDT 联合实验室

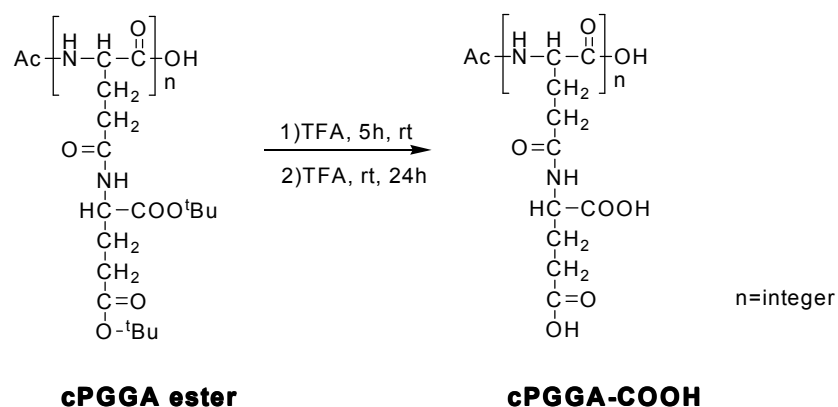
文件类别及编号：（实验）SOP- 3.6

版次：01

cPGGA-COOH 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：

cPGGA-COOH 合成标准操作规程

1. cPGGA-COOH 反应式



2. 试剂和材料

3.试剂准备：TFA 重蒸步骤.

试剂和材料	供应商	投料量（g）	体积(ml)	摩尔 mmol	分子量	当量比
cPGGA-ester	自制	60.0		162.0	370.44	1.0
三 氟 乙 酸 (TFA)(重蒸)	上海邦成化工 有限公司		480+240			
去离子水						

3.1. 反应容器和材料：旋转蒸发仪，1L 单口反应瓶,10℃烘干过夜。

3.2. 外购三氟乙酸 500ml 加入单口反应瓶，使用旋转蒸发仪，40℃水浴下减压蒸馏得到三氟乙酸，

3.3. 密封保存。

4. 合成步骤:

4.1. 1L 圆口反应瓶,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 60.0g cPGGA-ester 加入 1L 圆口反应瓶后,加入 480ml 三氟乙酸,室温下磁力搅拌 700rpm,搅拌 4hr。

4.3. 40℃水浴下减压蒸馏,完全去除 TFA,得到黄色油状物。

4.4. 加入 240ml 三氟乙酸,室温下磁力搅拌 700rpm,搅拌 16hr。

4.5. 40℃水浴下减压蒸馏,完全去除 TFA,得到黄色油状物。

4.6. 加入 1000ml 去离子水,磁力搅拌 700rpm 下搅拌完全溶解。

4.7. 加入去离子水稀释至 5L, TFF (3×10Ka) 透析,废液测试电导和酸碱度,收集废液 20L,测试电导<0.05ms/cm,记录废液数据。浓缩 cPGGA-COOH 溶液最终体积至 2L。过滤。

4.8. 冻干至恒重得到最终产物。

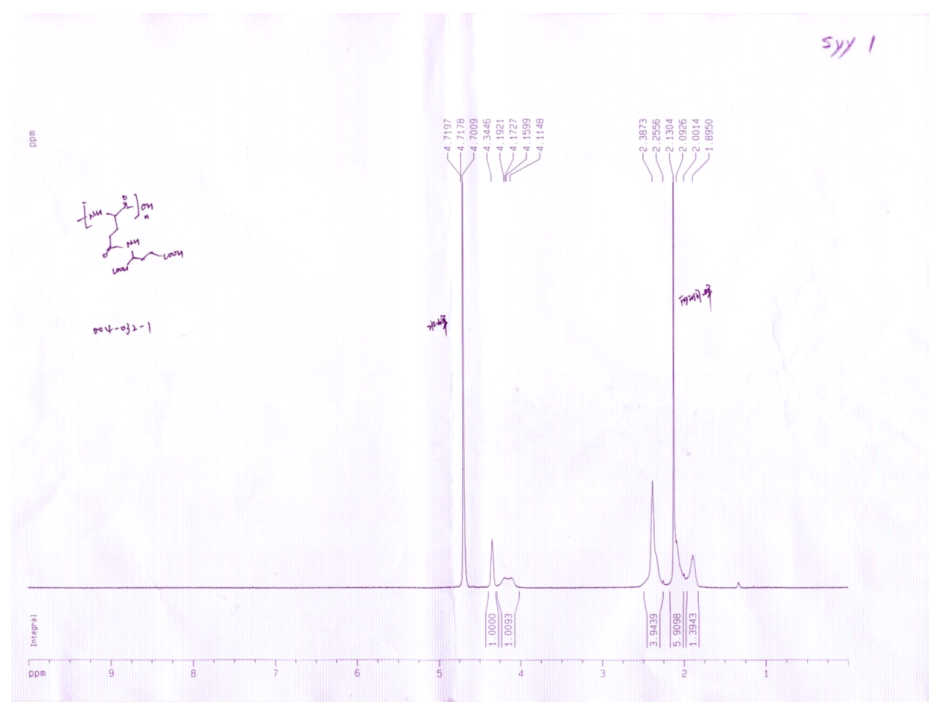
4.9. 产物保存条件: -20℃密封保存。

4.10. 产物质量标准:

4.10.1 产物收率 84-85%

4.10.2. 将产物溶解于 D2O 中, NMR 检查 ppm1.2-1.3 处无叔丁酯杂质峰。

标准 NMR 图谱



4.10.3. GPC 检测分子量约为 50-60kDa。

4.11.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。