

# ECNU-NDT 联合实验室

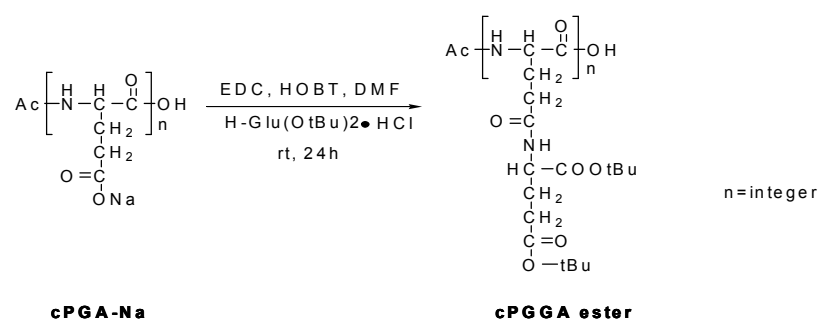
文件类别及编号：（实验）SOP- 3.5

版次：01

|                      |        |              |
|----------------------|--------|--------------|
| cPGGA-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：        |

## cPGGA-ester 合成标准操作规程

### 1.cPGGA-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) | 摩尔 mmol | 分子量   | 当量比 |
|-----------------------------------|----------------|---------|--------|---------|-------|-----|
| cPGA-Na                           | 自制             | 30.0    |        | 199     | 151   | 1.0 |
| 1-乙基-(3-二甲基氨基丙基)碳酰二亚胺盐酸 (EDC HCl) | 吉尔生化           | 114.21  |        | 595.6   | 191.7 | 3.0 |
| N-羟基苯并三氮唑 (HOBt)                  | 吉尔生化           | 36.5    |        | 238.8   | 135.1 | 1.2 |
| H-Glu(otBu) <sub>2</sub> .HCl     | 北京大田丰拓化学技术有限公司 | 117.5   |        | 397.0   | 295.8 | 2.0 |

|                       |    |  |           |  |  |  |
|-----------------------|----|--|-----------|--|--|--|
| N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) (重蒸) | 国药 |  | 1500      |  |  |  |
| 去离子水                  |    |  | 6000+3000 |  |  |  |

### 3.试剂准备：DMF 重蒸步骤

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 N,N-二甲基甲酰胺 5L 倒入反应瓶，将氢化钙缓缓加入反应瓶中，机械搅拌 200-250rpm，加热回流过夜。

3.3. 次日，减压蒸馏得到 N,N-二甲基甲酰胺，密封保存。

### 4. 合成步骤：

4.1. 2L 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 30.0g cPGA-Na 投入 2L 圆口反应瓶后，加入 1200ml N,N-二甲基甲酰胺，室温下磁力搅拌 700rpm，搅拌 30min。

4.3. 将 117.5g HGlu(otBu)<sub>2</sub>.HCl 加入反应瓶,磁力搅拌 700rpm，搅拌 10min。

4.4. 将 36.5g N-羟基苯并三氮唑加入反应瓶,磁力搅拌 700rpm，搅拌 10min。

4.5. 将 114.21g 1-乙基-(3-二甲基氨基丙基)碳酰二亚胺盐酸加入反应瓶,磁力搅拌 700rpm，室温搅拌 36hr。

4.6. 反应完毕，淡黄色澄清液。将反应液倒入 6000ml 去离子水，磁力搅拌 700rpm，白色固体析出。

4.7. 过滤，500ml×6 去离子水洗涤后抽干，测试废液电导<0.02ms/cm, 记录废液数据。-30℃冰冻 2hr，冻干至恒重，得到最终产物。

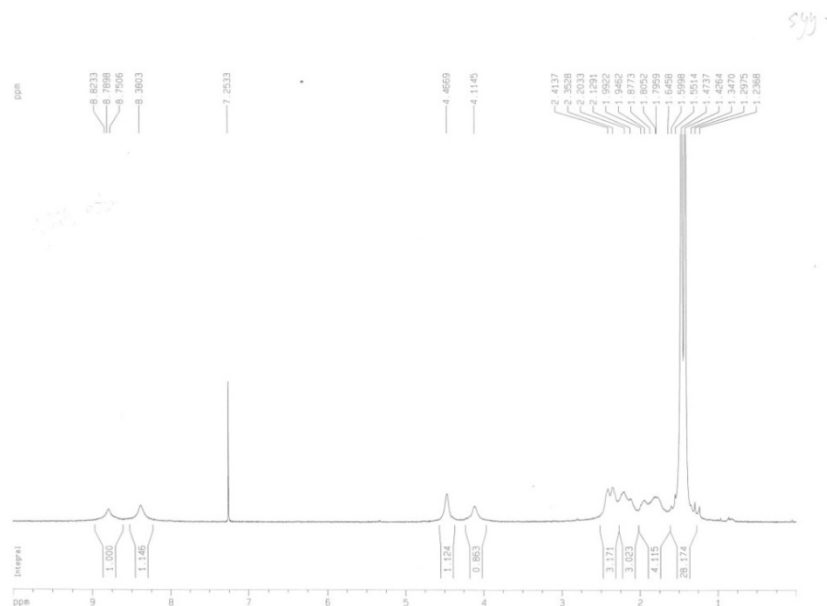
4.8. 产物保存条件：-20℃密封保存。

4.9. 产物质量标准：

4.9.1 产物收率 97%-98%

4.9.2 将产物溶解于 CDCl<sub>3</sub> 中，NMR 检查无杂质峰。

## 标准 NMR 图谱



4.9.3. GPC 检测分子量约为 50-60kDa。

4.10.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