

ECNU-NDT 联合实验室

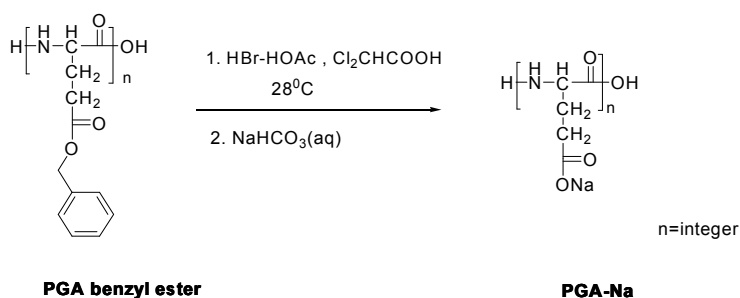
文件类别及编号：（实验）SOP- 3.3

版次：01

PGA-Na 分子量-时间曲线标准操作规程		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-Na 分子量一时间曲线实验标准操作规程

1. PGA-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	5.0		22.83	219	1.0
33%溴化氢-乙酸溶液	Alfa Aesar		17.5	100.1	81	4.37
二氯乙酸	Alfa Aesar		200			
无水正己烷	国药					
丙酮	国药					

3. 合成步骤：

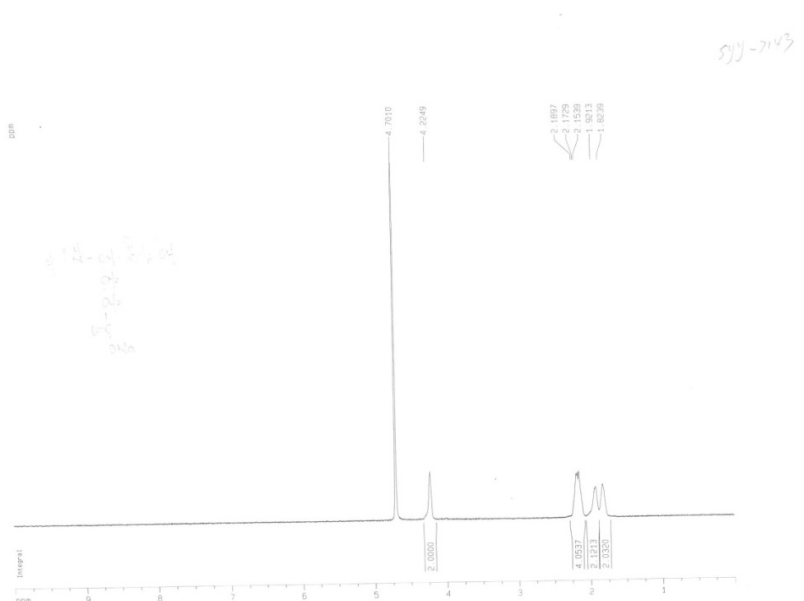
3.1. 准备反应容器和材料：500ml 三口反应瓶,加料漏斗，量筒于 110℃烘干过夜，反应当天取出后氮气干燥 5min。

3.2. 将 200ml 二氯乙酸投入 500ml 三口反应瓶，28℃水浴环境下加入 5.0g PGA-ester，磁力搅拌 500rpm，搅拌过夜。

3.3. 次日加入 17.5ml 33%溴化氢-乙酸溶液，控制 28±0.5℃水浴环境，磁力搅拌 500rpm，在反应 2. 5, 3. 5, 4. 5, 5. 5 小时分别用一次性注射针筒取出 10ml 反应液。

- 3.4. 将取出的反应液置于 50ml 离心管中，加入 25ml -20℃无水正己烷，析出白色固体。震荡 30 秒后静止，白色固体全部沉降。
- 3.5. 倒去上层洗液，加入 30ml 丙酮，震荡 20 秒，白色固体全部沉降。
- 3.6. 重复步骤 5。
- 3.7. 倒去上层洗液，得到白色固体。用 1NNaOH 调节至 11.0 ± 0.5 ，震荡搅拌 2hr。复测 PH。
- 3.8. 透析 12hr，测试 PH 后冻干得样品。
- 3.9. 剩余反应液倒入废液桶，注意安全。
- 3.10. 产物保存条件：-20℃密封保存
- 3.11. 产物质量标准：
- 3.11.1 将产物溶解于 D₂O 中，NMR 检查无杂质峰。

标准 NMR 图谱



- 3.11.2. GPC 检测分子量在 4 小时是分子量约为 20kDa。
- 3.12. 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
- 3.13. 可能出现的问题：如果 GPC 检测 PGA-Na 的分子量较低，或反应时间点不正确，需要重新实验，为后续制备 cPGA-Na 提供稳定的分子量-时间曲线。