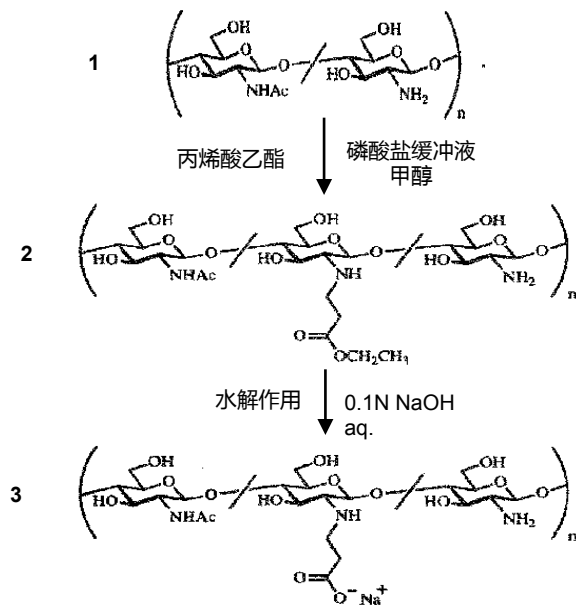


通过Py-GC分析新型N-选择性酯化甲壳质衍生物

【背景】 甲壳质主要由N-乙酰-D-氨基葡萄糖组成，是一种典型的重要氨基多糖。尽管在自然界中含量丰富，但由于其反应性和溶解度低而很少使用甲壳质。在这里我们报告，通过Py-GC从部分脱乙酰化的甲壳质到烷基化剂的丙烯酸乙酯的迈克尔加成反应。

【方法】 部分脱乙酰甲壳质采购于市场。甲壳质的N-乙酰化率(DA)平均值通过连接Frontier Laboratories制的立式炉热裂解器-2010D(热解炉温度，450 °C，氦气)的Py-GC以及¹H NMR测量。通过¹H NMR和Py-GC分析酯基引入率。

【结果】 1和丙烯酸乙酯的聚合物反应是在40 °C进行(Scheme 1)。结果在Table 1中总结。附在产物侧链的酯基的水解作用在磷酸盐缓冲液中观测到。然而，含有甲醇的溶剂中得到2(Scheme 1; Table 1中的Run 2以及Run 3)。另外，迈克尔反应仅发生在1中的氨基上。2的D-葡萄糖胺残基相对于氨基的置换率(DS)是在2的N-乙酰基-D-葡萄糖胺残基的甲基质子以及D-葡萄糖胺残基的2-氨基，使用生成的亚甲基质子通过¹H NMR测量。通过Py-GC的DS值定量结果是，基于-NHCH₂-基通过NMR的测定结果为相一致。Py-GC是，不考虑结构和物理性质，在分析化学结构方面有效性很强的方法(Table 1)。



Scheme 1 N-选择性酯化甲壳质衍生物以及水溶性羧乙基甲壳素的合成

Table 1 由部分去乙酰化的甲壳质 (1) 和丙烯酸乙酯合成 N-(2-乙氧基羰基乙基) 甲壳质 (2)

Run No.	1		生成聚合物			
	in mg	-NH2 of 1 in mmol	产率 in mg (%)	置换率		
				¹ H NMR Based on -CO ₂ CH ₂ CH ₂ -	¹ H NMR Based on -NHCH ₂ -	Py-GC
1	250	0.68	189 (-)	-	0.63	0.69
2	250	0.68	160(52)	3.2	1.07	0.92
3	250	0.68	178(59)	1.7	0.87	0.85
4	100	0.24	71 (-)	-	0.68	-

* 反应条件: 温度, 40 °C, 时间, 240 h

摘自* K. Aoki, M. Okada, H. Sato, S. Mizutani, H. Ohtani, S. Tsuge, Y. Shioigai, *Macromol. Chem. Phys.* 2000, 201, 1701-1708

Keywords : 甲壳素, 氨基葡萄糖, 置换率(DS), Py-GC, ¹H NMR, 迈克尔加成反应

使用产品 : 多功能热裂解器

应用领域 : 聚合物分析

关联的技术笔记 :

如有任何查询，请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
www.frontier-lab.com/cn