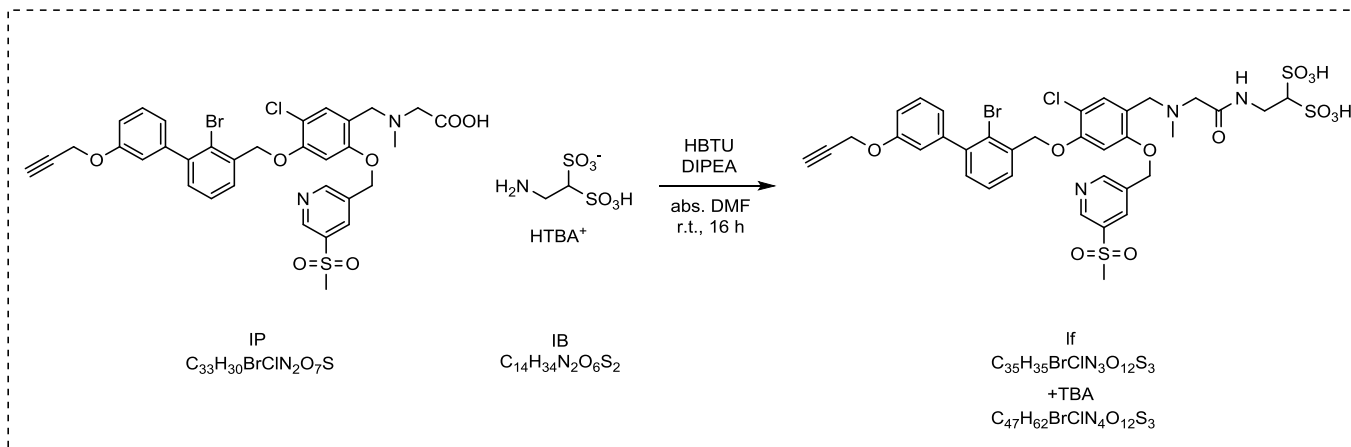


FK_304: SDFM2: Peptid-Kupplung Disulfon



Edukt	Summenformel	M [g/mol]	m [mg]	n [μmol]	ρ [g/cm ³]	V [ml]	eq.
Carbonsäure IP	$C_{33}H_{30}BrClN_2O_7S$	714.03	369.0	516.8			1.00
Amin IB	$C_{14}H_{34}N_2O_6S_2$	390.57	1009.2	2583.9			5.00
HBTU	$C_{11}H_{16}F_6N_5OP$	379.25	431.2	1136.9			2.20
DIPEA	$C_8H_{19}N$	129.25	133.6	1033.6	0.74	180.52	2.00
abs. DMF						2.00	
	mg/μmol		m 100 % [mg]	n 100 % [μmol]	Ausbeute [mg]	Ausbeute [μmol]	Ausbeute [%]
Produkt	$C_{47}H_{62}BrClN_4O_{12}S_3$	1086.58	561.53	516.8	334.0	307.4	59.5

Versuchsdurchführung

- Carbonsäure **IP** und Amin **IB** in abs. DMF unter Ar vorgelegt und abs. DIPEA hinzu, Zugabe von HBTU, rühren lassen über Nacht
- RK (analyt. RP-HPLC, 10-90%) -> Rkt beendet, Peak bei ca 30 min
- Rkt-Lsg mit DMF verdünnt, über Fritte mit Celite filtriert, dann DMF entfernt
- Biotage ungeeignet, sehr starkes Schlieren, kaum ausreichende Absorption, dennoch 100 mg sauber isoliert (**FK_304-p1**)
- RP-HPLC (25-35%) -> Produkt bei 30 min
- FK_304-p1-TBA** (DMF-d7, Produkt sauber als TBA Salz)
- Biotage und HPLC Fraktionen vereinigt, 334 mg sauber als TBA-Salz, farbloses Pulver
- 10 mg umsalzen mit Amberlyst WET15 -> **FK_304-X** (DMF-d7)