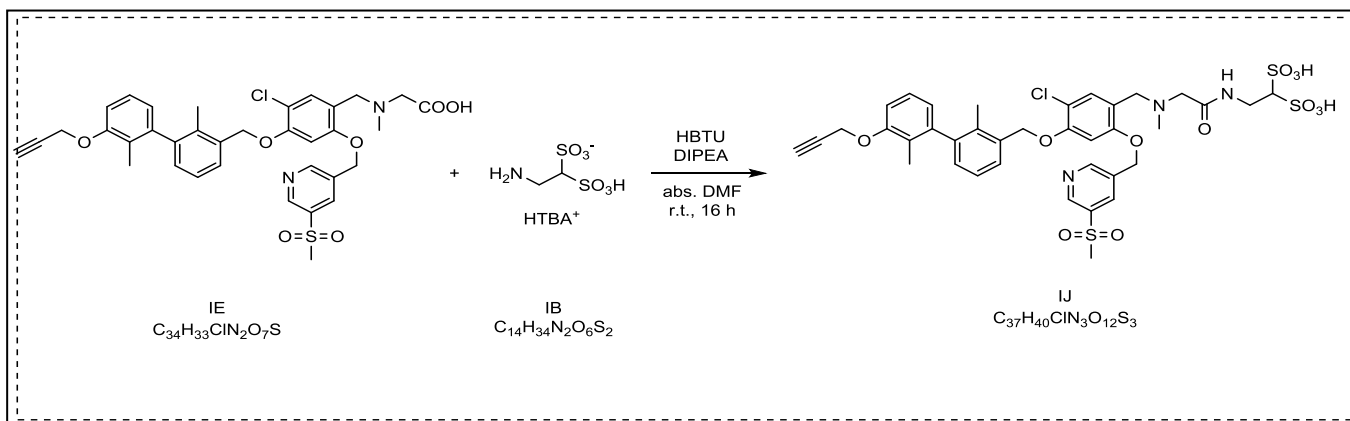


FK_264: SDFM3: Peptid-Kupplung Disulfon



Edukt	Summenformel	M [g/mol]	m [mg]	n [μmol]	ρ [g/cm ³]	V [ml]	eq.
Carbonsäure IE	$C_{34}H_{33}ClN_2O_7S$	649.16	120.0	184.9			1.00
Amin IB	$C_{14}H_{34}N_2O_6S_2$	390.57	505.4	1294.0			7.00
HBTU	$C_{11}H_{16}F_6N_5OP$	379.25	154.2	406.7			2.20
DIPEA	$C_8H_{19}N$	129.25	47.8	369.7	0.74	64.57	2.00
abs. DMF						2.00	
	mg/μmol		m 100 % [mg]	n 100 % [μmol]	Ausbeute [mg]	Ausbeute [μmol]	Ausbeute [%]
Produkt	$C_{37}H_{40}ClN_3O_{12}S_3$	850.39	157.20	184.9	58.0	68.2	36.9

Versuchsdurchführung

- Carbonsäure **IE** 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
- RP-HPLC () -> Peak bei 30 min in drei Peaks aufgeteilt, zuerst sehr intensiv, dann kleiner, dann intensiver (letzter ist Produkt, durch Masse **FK_264-p2** erkennbar, m/z 850, ESI+, protoniert + H+), 107 mg als TBA-Salz
- FK_264-p1** (D2O, keine erkennbaren, scharfen Peaks, sondern nur breite Hügel), nochmal in DMF-d7 (**FK_264-p1**, sauber, scharfe Signale, nur Signale an Sulfongruppe scheinen nicht allzugut sein)
- 58 mg nach Umsalzen, entspricht einem Verlust von 40% durch das Umsalzen; keine Erklärung hierfür, da sehr gründlich das Harz mit Wasser gespült wurde