

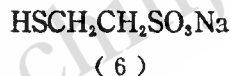
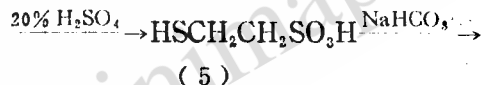
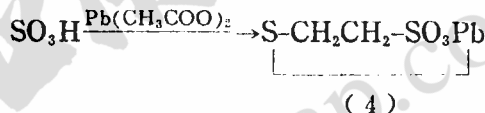
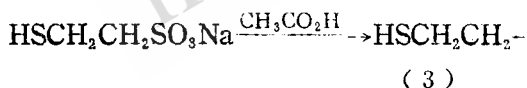
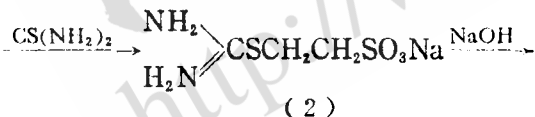
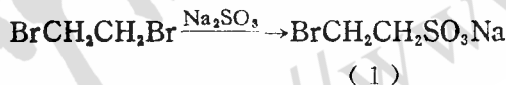
2-巯基乙磺酸钠的制备方法

韩玲玲 成秀俊 (江苏省医药工业研究所, 南京 210042)

摘要 以1,2-二溴乙烷为起始原料, 合成2-巯基乙磺酸钠, 纯度达97%左右。本法避免使用 Na_2S 或 H_2S , 环境污染较少。

关键词 2-巯基乙磺酸钠; 抗癌药; 解毒剂; 合成方法

2-巯基乙磺酸钠早期曾作为粘液溶解剂及重金属解毒剂, 适用于支气管积聚粘液所致的危急病例和呼吸困难, 治疗慢性支气管炎及砷、汞的解毒。近年发现该化合物能防止环磷酰胺类烷化剂抗癌药引起的尿路毒性, 因而有可能适当加大该类抗癌药的剂量以提高抗癌疗效。由于其高效低毒, 被认为是一种可能有前途的药品^[1]。据文献报道^[2,3], 该化合物有多种制备方法, 本文采用下述合成方法则环境污染较少^[4,5]。



实验部分:

1 2-溴乙磺酸钠(1)的制备:

将246 g (1.31 mol) 二溴乙烷, 500 ml 工业乙醇, 50 g 亚硫酸钠(0.401 mol)和360 ml 水投入反应瓶内, 加热回流到溶液澄清为止, 约需4 h, 将反应物减压浓缩到250 ml 得到(1), 收率78.6%。

2 2-S-硫脲乙磺酸盐(2)的制备:

将24 g (0.31 mol) 硫脲加到上述溶液中, 搅拌加热到95°C, 待硫脲全部溶解后, 将反应物冷却至室

温, 得到2-S-硫脲乙磺酸盐, 为坚硬的白色固体。过滤, 用水洗两次, 得到39 g (2), 收率68%, 含NaBr 0.04%, 用水重结晶, 熔点265°C(分解)。

元素分析: 理论值: C, 19.55; H, 4.37;

N, 15.21; S, 34.8;

实测值: C, 19.61; H, 4.5;

N, 15.41; S, 34.67;

3 2-巯基乙磺酸钠(6)的制备:

将9.2 g (0.045 mol) 2-S-硫脲乙磺酸盐和90 ml (1.0 M) 氢氧化钠水溶液, 回流2 h, 反应完毕冷却, 用冰乙酸酸化至pH 3—4, 所得2-巯基乙磺酸(3)溶液加热到60°C, 在搅拌下慢慢把该溶液加到含有22 g 醋酸铅的88 ml 热水溶液中, 混合物在60°C保温, 直至有黄色沉淀凝聚, 滤集沉淀, 用热水和乙醇洗涤, 得2-巯基乙磺酸铅(4)17 g, 后加入适量稀硫酸(20%), 搅拌15 min, 放置过夜, 抽滤

除去硫酸铅沉淀。将滤液于50~60°C用NaHCO₃调pH为7.2, 所得的钠盐水溶液在充氮条件下, 减压浓缩至干, 得白色固体。用乙醇重结晶一次, 得白色片状固体纯度96.56% 2-巯基乙磺酸钠2.2 g (用碘量法测定含量), 收率30%。

参 考 文 献

- 1 顾永青 2-巯基乙磺酸钠 国外药学—合成药、生化药、制剂分册, 1986; 7(6):329
- 2 Belg, 842, 665(1976), C. A. 87; 52754q
- 3 U. S. 2, 694, 723(1954), C. A. 49; 13289h
- 4 Schramm. C. H. et al. J. Am. Chem. Soc. 1955. 77:6231
- 5 V. E. Petrun Kin. Ukrain. Khim. Zh. 1956; 22:603. C. A. 51; 5692h(1957)

收稿日期: 1995—08—23