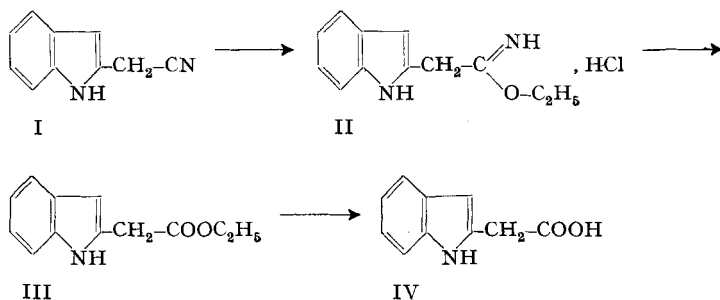


161. Indol-2-essigsäure

von W. Schindler

(17. VI. 58)

Im Jahre 1934 haben KÖGL und Mitarbeiter¹⁾ die wachstumsregulierenden Eigenschaften der Indol-3-essigsäure erkannt. Seither wurden eine grosse Anzahl von Stoffen auf ihre Heteroauxin-Wirksamkeit getestet²⁾. Da geringe Änderungen in der Struktur von solchen Stoffen, z. B. Änderung der optischen Konfiguration, die Wirkung aufheben, ja sogar antagonisieren können, schien es uns gegeben, auch die isomere Säure, die Indol-2-essigsäure (IV), deren Darstellung bis heute noch nicht gelungen war, in den Kreis der Untersuchungen einzubeziehen. Es liegen wohl 2 verschiedene Syntheseveruche dieser für biochemische Vergleichsversuche interessanten Säure durch MATELL³⁾ vor. Sie waren aber nicht erfolgreich. Wir haben diese Säure aus Indol-2-acetonitril⁴⁾ (I) über den salzsauren Iminoäther II bereitet. Das an und für sich gut kristallisierte Iminoäther-hydrochlorid ist äusserst hygroskopisch; wir haben deshalb auf eine Analyse verzichtet und es direkt durch Hydrolyse in den Äthylester III übergeführt. Die alkalische Verseifung des Esters III liefert die Indol-2-essigsäure (IV).



Die Säure wird sehr leicht oxydiert; sie färbt sich an der Luft tiefrot. Beim Schmelzen erfolgt Decarboxylierung unter Bildung von 2-Methylindol. Diese Beobachtung dürfte die Erklärung geben, warum die alkalische und saure Verseifung des Nitrils nicht zur gewünschten Säure geführt hat.

¹⁾ F. KÖGL, A. J. HAAGEN-SMIT & H. ERKLEBEN, Z. physiol. Chem. **228**, 90 (1934).

²⁾ F. KÖGL & D. KOSTERMANS, Z. physiol. Chem. **235**, 201 (1935); S. WELLER, S. WITTEWIT & H. SELL, J. Amer. chem. Soc. **77**, 4937 (1955); W. SMITH & R. MOIR, Canad. J. Chemistry **30**, 411 (1952).

³⁾ M. MATELL, Arkiv för Kemi **10**, 179 (1956).

⁴⁾ W. SCHINDLER, Helv. **40**, 2156 (1957).

In Fig. 1 sind die UV.-Kurven der Indol-2-essigsäure im Vergleich zur Indol-3-essigsäure angegeben⁵⁾.

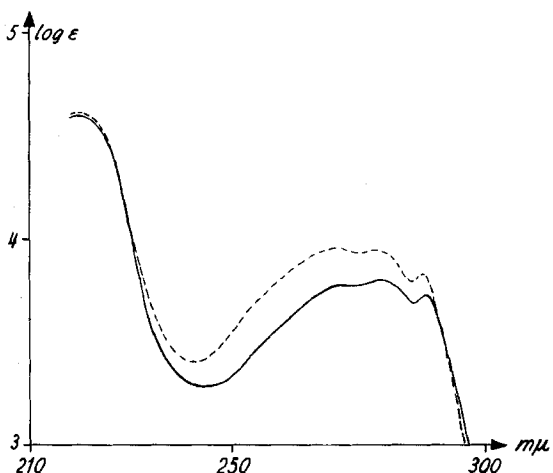


Fig. 1

UV.-Spektren in 96-proz. Äthylalkohol

————— 3-Indolessigsäure - - - - - 2-Indolessigsäure

Das Spektrum der 3-Indolessigsäure stimmt mit dem von FRIEDEL & ORCHIN angegebenen überein⁶⁾.

In Fig. 2 sind die IR.-Spektren der Indol-2-essigsäure und der Indol-3-essigsäure angegeben⁷⁾.

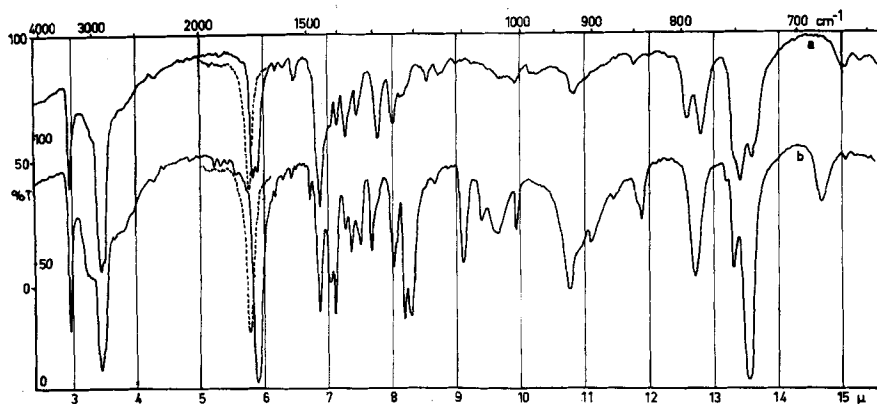


Fig. 2

(IR.-Spektren) a = Indol-2-essigsäure; b = Indol-3-essigsäure

⁵⁾ Ich danke Herrn DELLEY für diese Aufnahmen.

⁶⁾ R. A. FRIEDEL & M. ORCHIN, Ultraviolet Spectra of Aromatic compounds, J. Wiley & Sons, New York 1951.

⁷⁾ Ich danke Herrn Dr. GIROD für diese Aufnahmen.

Die C=O-Valenzschwingung der Carboxylgruppe liegt bei beiden Säuren (in Dioxanlösung) bei $5,77 \mu$ (1733 cm^{-1}), d. h. praktisch gleich wie bei aliphatischen Carbonsäuren (vgl. ⁸⁾). Die N—H-Valenzschwingung tritt in beiden Verbindungen bei $2,85 \mu$ (ca. 3390 cm^{-1} ; Nujolverreibung) auf.

Die Indol-2-essigsäure wurde auf ihre phytohormonale Wirkung im Vergleich zu Indol-3-essigsäure und 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure [2,4-D] getestet; ihre Wirkung im *Avena*-Test war viel geringer⁹⁾.

Experimentelles. – Alle Smp. sind auf dem KOFLER-Block bestimmt und korrigiert.

Indol-2-acetiminooäthyläther-hydrochlorid (II). 7,5 g Indol-2-acetonitril (I) (0,048 Mol) werden in 75 ml abs. Äther und 2,3 g (0,05 Mol) abs. Alkohol gelöst. Unter starker Eiskühlung werden 1,85 g (0,05 Mol) Salzsäuregas eingeleitet, dann wird die Lösung gut verschlossen und 8 Tage in den Eisschrank gestellt. Nach dieser Zeit hat sich das Iminoäther-hydrochlorid in schönen Kristallen abgesetzt. Man saugt möglichst rasch ab und wäscht mit etwas abs. Äther. Smp. $156\text{--}158^\circ$. Ausbeute 7,8 g.

Indol-2-essigsäure-äthylester (III). 7,8 g Iminoäther-hydrochlorid werden in 40 ml Wasser gelöst und ca. 10 Min. auf dem Dampfbad erwärmt. Die anfangs klare Lösung trübt sich, und es scheidet sich ein farbloses Öl ab. Nach dem Abkühlen wird ausgeäthert und die ätherische Lösung mit Wasser gewaschen und getrocknet. Nach dem Eindampfen des Äthers hinterbleibt ein farbloses Öl, das im Hochvakuum destilliert wird. Erhalten 4,8 g; Sdp. $118\text{--}120^\circ/0,003 \text{ Torr}$.

$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}$	Ber. C 70,93	H 6,40	N 6,90%
(203)	Gef. „ 70,77	„ 6,26	„ 7,22%

Indol-2-essigsäure (IV). 3,0 g Indol-2-essigsäure-äthylester (III) werden in 10 ml 30-proz. Natronlauge 10 Min. auf dem Dampfbad erwärmt, wobei der Ester in Lösung geht. Man kühlt ab, filtriert durch eine Spur Kohle und säuert das Filtrat mit konz. Salzsäure an. Die ausgefallene Säure wird abgesaugt, mit wenig Wasser gewaschen und im Exsikkator getrocknet. Zur Reinigung wird zuerst aus Essigester-Petroläther, dann aus Äther-Pentan umkristallisiert. Rosarote Blättchen.

$\text{C}_{10}\text{H}_9\text{O}_2\text{N}$	Ber. C 68,57	H 5,14	N 8,00%
(175)	Gef. „ 68,37	„ 5,26	„ 8,00%

Ich verdanke die Mikroanalysen unserem Mikroanalytischen Labor (Leitung Herr Dr. H. WAGNER). Fernerhin möchte ich Herrn HANS BLATTNER für wertvolle Mitarbeit aufrichtig danken.

SUMMARY

The synthesis of indol-2-acetic acid and its phytohormonal activity are described.

Wissenschaftliche Laboratorien der J. R. GEIGY AG., Basel

⁸⁾ M. N. C. FLETT, J. chem. Soc. **1951**, 962.

⁹⁾ Für die Durchführung der biol. Prüfung danke ich Herrn Dr. A. GAST bestens.