

УДК 547.754.07

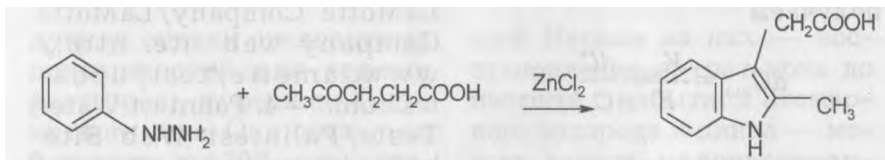
СИНТЕЗ 2-МЕТИЛИНДОЛИЛ-3-УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

И.И.ГРАНДБЕРГ, Н.Л.НАМ

(Кафедра органической химии)

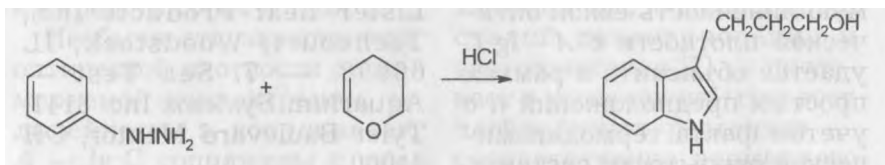
Еще в 1886 г Э.Фишер описал получение 2-метилиндолил-3-уксусной кислоты из левулиновой кислоты или ее

эфира и фенолгидразина при сплавлении их с безводным $ZnCl_2$, однако выходы в работе указаны не были [3].



Позднее, детально исследуя открытый нами метод синтеза триптамина [1], мы нашли, что соли фенолгид-

разинов реагируют с α , β -непредельными циклическими эфирами, образуя соответствующие триптофолы [2].



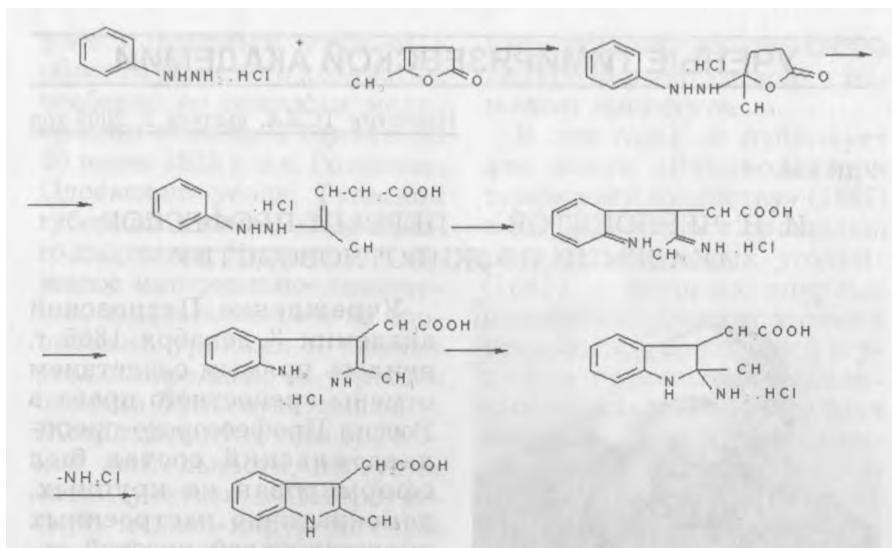
На основании этих данных мы осуществили конденсацию солянокислого фенолгидразина

и ангеликолактона при нагревании в водном диоксане и получили 2-метилиндолил-3-уксусную кислоту с выходом 32%. Ниже приведен неоднократно доказанный механизм процесса (3,3-сигма-тропный сдвиг) [1].

Спектры ЯМРЦ сняты на приборе Bruker AM-300 в $DMCO-d_6$; УФ-спектры заре-

гистрированы на приборе Specord M-40 в спирте, ИК-спектры - на приборе Perkin-Elmer (в KBr). Анализ методом ТСХ проводили на пластинках «Силуфол».

2-Метилиндолил-3-уксусная кислота. В смесь 48 мл диоксана и 2 мл воды вносят 7,5 г (0,05 М) солянокислого фенолгидразина и 4,9 г (0,048 М) ангеликолактона и нагревают смесь на кипящей водяной бане в колбе с обратным холодильником в



течение 4 ч. Реакционную массу упаривают на роторном испарителе досуха, добавляют к остатку раствор 6 г едкого натра в 80 мл воды и 1 г мелкоизмельченного активированного угля, нагревают на кипящей водяной бане 0,5 ч, помешивая. Горячую смесь фильтруют через бумажный фильтр. Охлажденный фильтрат подкисляют муравьиной кислотой и оставляют на ночь в холодильнике. Выпавшую индолилуксусную кислоту отфильтровывают, промывают водой и сушат. Получено 2,96 г (32%) кислоты, т.пл. 200°C в запаянном капилляре.

Лит.данные: т.пл.195-200°C [3].

Спектры ЯМР¹H, 8, м.д.: 2,42 (с, 2-CH₃); 3,67 (с, 3-CH₂); 10,76 (шир.с, NH); 7,49 (д, 7-Н); 7,30 (д, 4-Н); 6,96 (д.д, 5-Н); 7,20 (д.д, 6-Н).

УФ-спектр, A_{max}, нм (lg ε): 229(4,26), 274(3,84), 279(3,86), 283(3,86), 291(3,81).

ИК-спектр, ν, см⁻¹: 3510(NH), 2390(CH), 1710(00).

ЛИТЕРАТУРА

1. Грандберг И.И. ЖОХ, 1983, т. 19, вып.11, с. 2439. —
2. Грандберг И.И., Москвина Т.Л. — Изв. ТСХА, 1973, № 4, с. 167. — 3. Fischer E. — Lieb. Ann., 1886, Bd. 236, S. 149.

Статья поступила
10 марта 2003 г.

SUMMARY

Conditions of synthesis 2-methylindolil-3-acetic acid are presented.