

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.94

ГИДРОХЛОРИД БЕТАИНА ИЗ БИНЕРЦИИ ОКРУЖНОКРЫЛОЙ

Л. С. АРУТЮНЯН, Э. Ю. АГАБАБЯН, Х. А. МЕЛКУМЯН и В. А. МНАЦАКАНЯН

Институт тонкой органической химии им. А. Л. Миджояна  
 АН Армянской ССР, Ереван

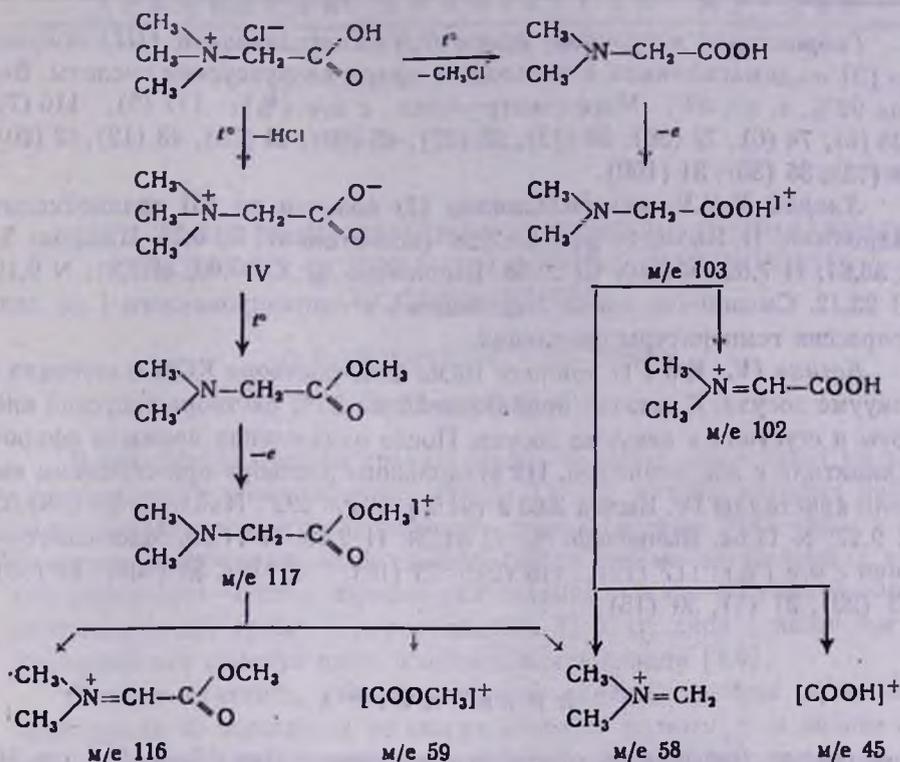
Поступило 24 II 1975

При исследовании метанольного экстракта эндемичного растения *Bienertia cycloptera*, принадлежащего к семейству *Chenopodiaceae*, нами выделено кристаллическое вещество состава  $C_5H_{12}NO_2Cl$  с т. пл.  $228^\circ$ , дающее положительную реакцию на алкалоид.

ЯМР спектр вещества состоит из двух синглетов при 3,32 и 4,28 м. д. (δ) в соотношении 4,5:1, характерных для группировки  $(CH_2)_3N^+CH_2-$ . В ИК спектре наблюдается полоса неионизированной карбоксильной группы α-аминокислот ( $1740\text{ см}^{-1}$ ) [1], а в масс-спектре наибольшим по массе ионом является ион с  $m/e$  117.

Вышеприведенные данные позволили предположить идентичность выделенного вещества с хлорметилатом *N,N*-диметилглицина (I), что было подтверждено полным совпадением его физико-химических характеристик с синтезированным для сравнения образцом I.

Для выяснения предпочтительного пути масс-спектрометрического распада I нами изучены также масс-спектры метилового эфира *N,N,N*-триметилглицина (II), гидрохлорида метилового эфира *N,N*-диметилглицина (III) и самого бетаина IV. Как и следовало ожидать, в спектрах I—III отсутствует пик молекулярного иона и первым актом в условиях масс-спектрометрирования является термическое отщепление хлористого водорода или хлористого метила с образованием ионов с  $m/e$  117, 103, 50, 52, 38, и 36. Бетаин IV способен к термической перегруппировке с образованием метилового эфира *N,N*-диметилглицина [2], и именно иону последнего соответствует, очевидно, пик с  $m/e$  117 в спектрах I—IV. В пользу этого говорит также наличие в спектрах иона с массой 31, отвечающей иону метоксила. Вышесказанное позволяет предположить следующую схему масс-спектрометрического распада I:



### Экспериментальная часть

ТСХ проводилась на закрепленном слое силикагеля Вельм в системе *n*-бутанол—ледяная уксусная кислота—вода (4:1:5), проявитель—УФ свет и реактив Драгендорфа. ИК спектры сняты на спектрометре UR-10 в КВг, ЯМР спектры—на спектрометре «Varian» 60А в D<sub>2</sub>O, масс-спектры—МХ-1303.

**Выделение гидрохлорида бетаина I.** 4,8 кг надземной части воздушно-сухого растения, собранного в Эчмиадзинском районе Армянской ССР в фазе плодоношения, исчерпывающе экстрагировали метанолом. Метанольный экстракт упарили до 150 мл, тщательно промыли хлороформом, затем кипятили с абс. этанолом. Из спиртового раствора при упаривании выпало 25 г (0,52% веса сырья) белых игольчатых кристаллов с т. пл. 228° (абс. этанол). R<sub>f</sub> 0,16. Найдено %: С 38,69; Н 7,72; N 9,56; Cl 22,92. Вычислено %: С 39,09; Н 7,81; N 9,12; Cl 23,12; Масс-спектр—пики с м/е (%): 117 (10), 116 (5), 103 (15), 102 (5), 59 (15), 58 (100), 52 (15), 50 (50), 45 (5), 44 (5), 38 (30), 36 (95), 31 (5), 30 (15).

**Хлорид метилового эфира N,N,N-триметилглицина (II)** получен по [3] из триметиламина и метилового эфира хлоруксусной кислоты. Выход 94,2%, т. пл. 101°. Масс-спектр—пики с м/е (%): 117 (2,5), 116 (2), 59 (2,5), 58 (18), 52 (60), 50 (100).

*Гидрохлорид метилового эфира N,N-диметилглицина (III)* получен по [3] из диметиламина и метилового эфира хлоруксусной кислоты. Выход 92%, т. пл. 84°. Масс-спектр—пики с *m/e* (%): 117 (5), 116 (7), 103 (5), 74 (6), 72 (20), 59 (12), 58 (37), 45 (60), 44 (70), 43 (12), 42 (20), 38 (12), 36 (35), 31 (100).

*Хлорид N,N,N-триметилглицина (I)* получен по [3] солянокислым гидролизом II. Выход 94%, т. пл. 228° (абс. этанол). *R<sub>f</sub>* 0,16. Найдено %: С 38,81; Н 7,69; N 9,40; Cl 23,08. Вычислено %: С 39,09; Н 7,81; N 9,12; Cl 23,12. Смешанная проба выделенного и синтезированного I не дала депрессии температуры плавления.

*Бетаин IV*. К 5 г II прилили 10 мл 20% раствора КОН и сгустили в вакууме досуха. К остатку прибавили 50 мл 25% раствора уксусной кислоты и сгустили в вакууме досуха. После охлаждения промыли эфиром и кипятили с абс. этанолом. Из этанольного раствора при сгущении выпали кристаллы IV. Выход 3,03 г (91%), т. пл. 292°. Найдено %: С 51,03; Н 9,27; N 11,64. Вычислено %: С 51,28; Н 9,40; N 11,96. Масс-спектр—пики с *m/e* (%): 117 (12), 116 (2); 73 (10); 59 (50), 58 (100), 44 (50); 43 (20), 31 (5), 30 (15).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Л. Беллами, Инфракрасные спектры сложных молекул, Изд. ИЛ. М., 1963, стр. 346.
2. R. Willstätter, Ber., 35, 584 (1902).
3. A. Koeppen, Ber., 38, 167 (1905).