



33,3 g (0,44 mol) Glycin wurden mit 170 ml Glycol in einem Dreihals-Rundkolben (500 ml) gefüllt, der mit einem Rückflußkühler und einem mechanischem Rührer versehen war; in dem dritten Hals saß ein Thermometer.

Das Reaktionsgemisch wurde auf 175 °C erhitzt und bei dieser Temperatur für eine Stunde belassen. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur, wurde der Kolben für 15 h im Kühlschrank aufbewahrt. Die erhaltene rostbraune Suspension wurde zentrifugiert und die Mutterlauge abdekantiert. Das feste Produkt wurde unter Inanspruchnahme geringer Mengen eiskalten Methanols in eine Büchnertrichter überführt und dort wieder mit wenig Methanol gewaschen. Insgesamt sind ca. 60 ml Methanol verbraucht worden. Das Produkt wurde aus ca. 110 ml H<sub>2</sub>O umkristallisiert und diese immer noch braunen Kristalle in 120 ml Wasser gelöst und unter Zusatz von 1,3 g Aktivkohle für drei Minuten aufgekocht. Das Gemisch wurde noch heiß (zwei Versuche) über einen Büchnertrichter von der Kohle befreit und die nun ausfallenden farblosen Kristalle mit wenig eiskaltem Wasser gewaschen, um danach im Ofen bei 50 °C getrocknet zu werden.

Ausbeute:	28 g	=	100%
	10,2 g	=	41% (Literatur: 45%)

#### 4. Physikalische Daten des Produktes

2,5-Diketopiperazin	Fp in °C
	Literaturwert: 310-312°C
	exp. erm. Wert: 310-312°C

#### 5. Spektrenauswertung

Im Folgenden werden die wichtigsten Banden des aufgenommenen Spektrums genannt:

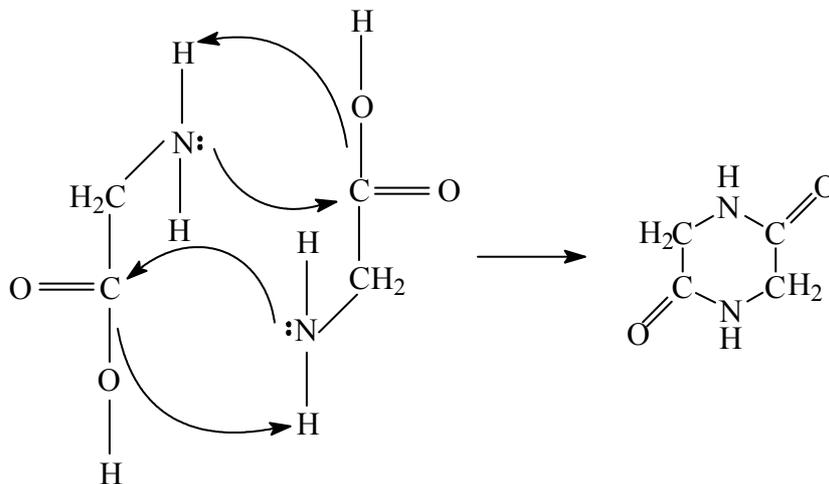
Nr.	Wellenzahl in cm <sup>-1</sup>	Zuordnung	Schwingungsart
1	3200	-CO-NH-	N-H-Valenzschwingung
2	3040	-CO-NH-	N-H-Valenzschwingung (Extra-Bande im festen Zustand)
3	2980-2860	=CH <sub>2</sub>	C-H-Valenzschwingung (drei Banden)

4	1680	C=O in Carbon- säureamiden	-C=O-Valenzschwingung
5	1450	=CH <sub>2</sub>	C-H-Deformationsschwingung
6	1340	-C-N-	C-N-Valenzschwingung

## 6. Mechanismus

Genau wie zwei Moleküle einer  $\alpha$ -Hydroxycarbonsäure zyklisieren können, wobei ein Lactid entsteht, können auch Aminosäuren miteinander reagieren.

Die nucleophile Aminogruppe koppelt dabei mit dem positivierten C-Atom der anderen Aminosäure; da diese Kopplung zweimal möglich ist, erfolgt ein Ringschluß unter Vereinigung zweier Moleküle:



Daß diese Reaktion einfach unter Erwärmung, ohne weitere Aktivierung der eigentlich zu schwach nucleophilen Aminogruppe, abläuft, hängt sicherlich mit der Stabilität der Produkte zusammen: Zwei Moleküle Wasser und ein spannungsfreier Sechsring, der gegenüber anderen Systemen bevorzugt ist. Vielleicht spielt auch noch der geringe Entropie-Effekt eine Rolle (zwei Moleküle reagieren zu drei Produkten).

## 7. Abfallentsorgung

- Der abdekantierte Glycol und der zum Waschen benutzte Methanol wurden im Abfallbehälter „halogenfreie Kohlenwasserstoffe“ entsorgt.
- Das Wasser und die Aktivkohle wurden über die Abflüsse weggespült.

## 8. Literatur

- (1) Arthur Vogel, Textbook of practical organic chemistry (4. ed.rev.), Longman 1981, New York, S. 909
- (2) Sadtler Standard Spektra, Sadtler Research Laboratories, Infrared Grating Spectrum 12398K, Philadelphia 1973