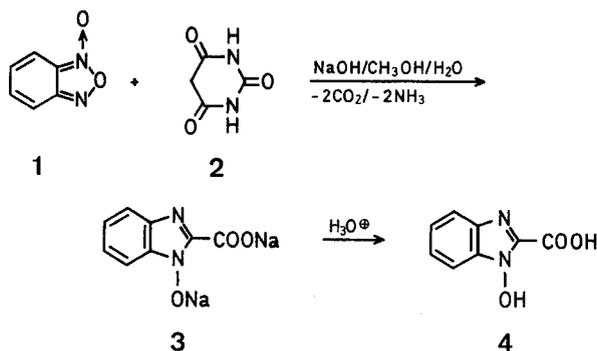


Eine einfache Synthese von 1-Hydroxy-benzimidazol-2-carbonsäure

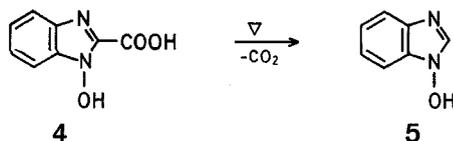
Florin SENG, Kurt LEY†

Zentrale Forschung, Wissenschaftliches Hauptlaboratorium
BAYER AG, D-509 Leverkusen

Benzofuroxan (1) setzt sich mit Barbitursäure (2) in wäßrig methanolischer Natronlauge bereits bei Raumtemperatur in exothermer Reaktion unter Abspaltung von Ammoniak und Kohlendioxid zum Natriumsalz der 1-Hydroxy-benzimidazol-2-carbonsäure (3) um. Zugabe von Säuren führt zur freien Verbindung 4.



Verbindung 4 decarboxyliert schon beim leichten Erwärmen in organischen Lösungsmitteln zum 1-Hydroxy-benzimidazol (5).



1-Hydroxy-benzimidazol-2-carbonsäure (4):

Benzofuroxan (13.6 g, 0.1 mol) und Barbitursäure (12.8, 0.1 mol) werden in einer Mischung aus Methanol (80 ml) und Wasser (80 ml) suspendiert und innerhalb von 15 Minuten mit 45%iger wäßriger Natronlauge (30 g) versetzt. Eine schwach exotherme Reaktion setzt ein. Durch gelegentliches Kühlen hält man die Temperatur bei ~25–30°. Nach 5 Stunden ist das suspendierte Benzofuroxan völlig verschwunden und ein neuer orangefarbener Niederschlag hat sich gebildet. Er wird durch Zugabe von Wasser (300 ml) in Lösung gebracht. Aus der Lösung erhält man beim Ansäuern mit 10%iger Salzsäure unter heftiger Kohlendioxid-Entwicklung gelbgrüne Kristalle von 1-Hydroxy-benzimidazol-2-carbonsäure als Hydrat; Ausbeute: 18 g (92%); Fp. 103–110° (Zers.).

C ₈ H ₆ N ₂ O ₃ ·H ₂ O	Ber.	C 48.9	H 4.1	N 14.7
(196.1)	Gef.	48.5	4.2	14.3

1-Hydroxy-benzimidazol (5):

10 g 1-Hydroxy-benzimidazol-2-carbonsäure Hydrat werden in Acetonitril erhitzt. Unter starker Gasentwicklung löst sich die Verbindung auf. Beim Abkühlen fällt 1-Hydroxy-benzimidazol aus; Ausbeute: 5.8 g (85%); Zers.-Punkt 210–212° (Lit.¹ 210–212°).

C ₇ H ₆ N ₂ O	Ber.	C 62.7	H 4.5	N 21.9
(134.1)	Gef.	62.7	4.5	21.2

Diese Arbeit ist Herrn Prof. Dr. Siegfried Petersen zum 65. Geburtstag gewidmet.

Eingang: 22. August 1975

¹ St. v. Niementowsky, *Ber. dtsch. chem. Ges.* **43**, 3012 (1910).