

NORGE



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Utlegningskrift nr. 123460

Int. Cl. C 07 d 49/38 kl. 12p-9

Patentsøknad nr. 170.518 Inngitt 14.11.1967

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.7.1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 22.11.1971

Prioritet begjært fra: 15.11.66 og 12.10.67 USA,
nr. 594384 og 674739

E. I. du Pont de Nemours and Company,
1007 Market Street, Wilmington, Del. 19898, USA.

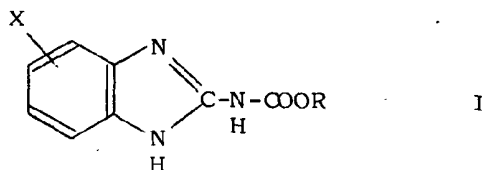
Oppfinnere: Charles D. Adams, 12 Edgemont Road, Newark, Del.
19711 og Rudolph Schlatter, 2 Woodward Estates,
Kennett Pike, Chadds Ford, Pa.19317, USA.

Fullmektig: Siv.ing. Erling Quande.

Fremgangsmåte ved fremstilling av
2-benzimidazolcarbaminsyreestere.

Foreliggende oppfinnelse angår en ny fremgangsmåte ved fremstilling av alkylestere av visse benzimidazolcarbaminsyrer, spesielt fra cyanamid eller cyanamidsalter.

Alkylestere av 2-benzimidazolcarbaminsyrer av den generelle formel:

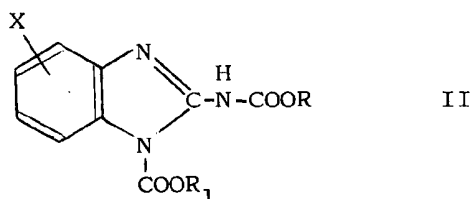


hvor R er alkyl med 1 - 4 carbonatomer, og X er hydrogen, halogen, nitro eller alkyl med 1 - 4 carbonatomer, er nyttige som fungicider. Forbindelsene hvor X er hydrogen og R er alkyl med 1 - 4

123460

2

carbonatomer, er særlig nyttige. Ovenstående forbindelser er også nyttige som utgangsmaterialer ved fremstilling av dialkylestere av 1-carboxy-2-benzimidazolcarbaminsyrer med den generelle formel:



hvor X er som ovenfor angitt, og R og R₁, som er like eller forskjellige, er alkyl med 1 - 4 carbonatomer.

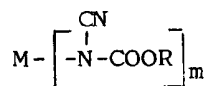
Disse forbindelser er omtalt i U.S. patent nr. 2.933.504 og er meget nyttige som fungicider.

U.S. patent nr. 3.010.968 omtaler en fremgangsmåte ved fremstilling av 2-benzimidazolcarbaminsyreestere av formel I ved å omsette thiourea med dimethylsulfat for å danne 2-methylthiopseudo-ureasulfat. Dette reaksjonsprodukt omsettes så med et alkylklorformiat og en base for å danne et acylert 2-methylthiopseudourea som så omsettes videre med et o-fenylendiamin i nærvær av en protonisk syre for å danne det ønskede produkt.

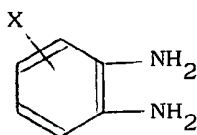
Foreliggende fremgangsmåte har flere fordeler fremfor den ovenfor angitte fremgangsmåte ifølge patentet. En spesiell fordel er at kommersielt tilgjengelige, billige, cyanamidsalter eller cyanamidoppløsninger av teknisk kvalitet kan anvendes istedenfor de relativt dyrere thioureamaterialer. Videre krever foreliggende fremgangsmåte ikke håndtering eller bortskaffelse av ubehagelige methylmercaptanmaterialer som er biprodukter ved denne prosessstype. Dessuten kan foreliggende fremgangsmåte utføres chargevis eller kontinuerlig med vanlige reaksjonskar.

Fra belgisk patent 666.795 er det kjent å fremstille forbindelser med formel I ved å omsette cyanamid med et alkylklorformiat i et passende organisk oppløsningsmiddel, og derpå tilsette o-fenylendiamin for å få produktet. Foreliggende fremgangsmåte skiller seg fra dette for det første ved at reaksjonen utføres i vandig medium, hvilket selvsagt er billigere, men viktigere er at ved annet trinn av foreliggende fremgangsmåte anvendes en regulert pH. Disse forskjeller gjør at man ved foreliggende fremgangsmåte får betydelig høyere utbytter enn ifølge det belgiske patent.

Ifølge foreliggende oppfinnelse fremstilles forbindelsene med formel I i to trinn ved at i første omsettes cyanamid eller et cyanamidsalt med et alkylklorformiat hvorefter reaksjonsproduktet i annet trinn omsettes med et o-fenylendiamin, og fremgangsmåten kjennetegnes ved at omsetningen i første trinn foregår i et i det vesentlige nøytralt til basisk vandig medium ved en temperatur mellom 0° og 105°C under dannelse av et alkylcyanocarbamatsalt, av formelen:



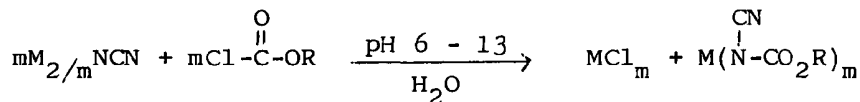
hvor R er som ovenfor angitt, M er et alkalimetall eller et jordalkalimetall, og m er valensen av M, som i annet trinn omsettes med et o-fenylendiamin av den generelle formel:



hvor X er som ovenfor angitt, i et surt vandig medium ved en temperatur på 40 - 130°C inntil felningen av den ønskede 2-benzimidazolcarbaminsyreester er fullstendig, hvorefter det dannede produkt utvinnes fra reaksjonsblandingen.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan oppsummeres ved følgende ligninger:

(Trinn 1)



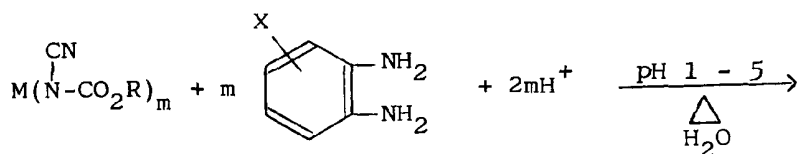
cyanamid- alkyl-
salt klor-
 formiat

alkyl-
cyanocarbamat-
salt

123460

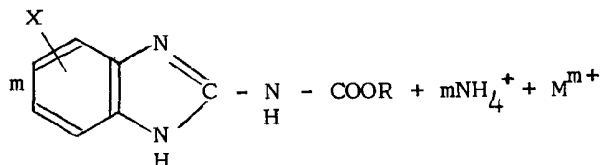
4

(Trinn 2)



alkyl-
cyano-
carbamat-
salt

o-fenylene-
diamin

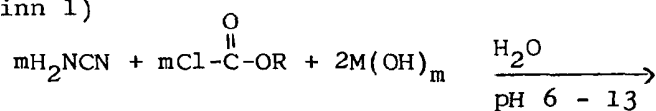


alkylester av 2-benz-
imidazolcarbaminsyre

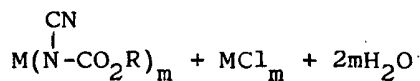
hvor R er alkyl med 1 - 4 carbonatomer, X er hydrogen, halogen, nitro eller alkyl med 1 - 4 carbonatomer, M er et alkalimetall eller et jordalkalimetall, og m er valensen av M, og H⁺ kan være avledet av en hvilken som helst syre.

I trinn 1 ovenfor er, da et cyanamidsalt anvendes, cyanamidet tilstede i den vandige oppløsning i anionisk form. Denne ionisering er i seg selv tilstrekkelig til å gi den ønskede pH. Imidlertid kan cyanamid som en vandig oppløsning, også anvendes i trinn 1 hvis en base tilsettes til oppløsningen for å opprettholde den ønskede pH. Trinn 1 ved denne utførelsesform illustreres av følgende ligning:

(Trinn 1)



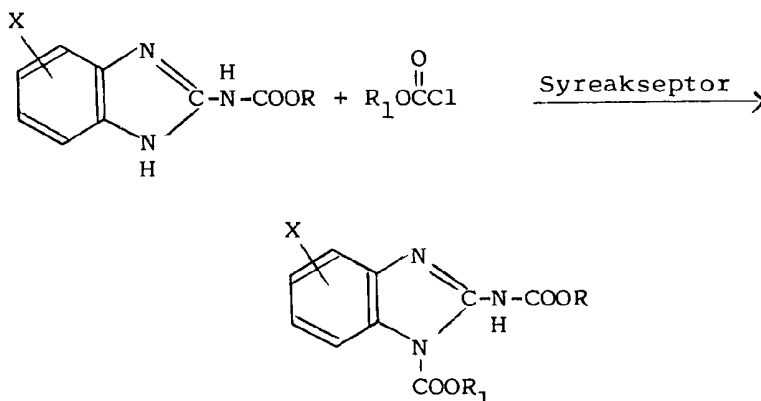
cyanamid alkyl- base
 klor-
 formiat



alkyl-
cyanocarbamat-
salt

I denne reaksjon kan en hvilken som helst basisk alkalimetall- eller jordalkalimetallforbindelse anvendes som base. Alkalimetall- og jordalkalimetallhydroxyder foretrekkes, skjønt oxyder og carbonater kan anvendes.

2-benzimidazolcarbaminsyrealkylesterne fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte kan overføres til esterne vist i formel II. Denne overføringsreaksjon oppsummeres av ligningen:



hvor X, R og R₁ er som ovenfor angitt.

I det første trinn av foreliggende fremgangsmåte omsettes et passende alkylklorformiat med enten cyanamid eller et salt av cyanamid i stort sett nøytrale til basiske vandige medier for å danne et salt av et alkylcyanocarbamat. Lett tilgjengelige salter av teknisk kvalitet er egnet for denne fremgangsmåte. Passende utgangsmaterialer er cyanamid-jordalkali- eller -alkalimetallsalter, særlig saltene med magnesium, kalium, natrium eller calcium. Kommersielt tilgjengelig calciumcyanamid er det foretrukne utgangsmateriale. Cyanamid selv i vandig oppløsning er også et foretrukket utgangsmateriale.

I det første trinn, når alkylklorformiatet omsettes med et cyanamidsalt, enten et enkelt salt, dvs. M(NHCN)_m, eller et dobbelt-salt, dvs. M_{2/m}NCN, kan anvendes, imidlertid foretrekkes dobbeltcyanamidsaltet for omsetning med alkylklorformiat.

Det første trinn utføres i vann.

Konsentrasjonene av utgangsmaterialene i reaksjonsblandingen er ikke kritisk, imidlertid vil av økonomiske grunner, vanligvis høykonsentrasjoner foretrekkes. Konsentrasjonen av cyanamidet i den vandige oppløsning kan variere fra 5 til 50%, og da cyanamid

for tiden er kommersielt tilgjengelig som en 50%-ig vandig oppløsning, foretrekkes slike oppløsninger. Med hensyn til suspensjonen eller oppløsningen av cyanamidsaltene er konsentrasjonen bare begrenset av håndteringsegenskapene av suspensjonen.

Når et cyanamidsalt anvendes, foretrekkes det å tilsette alkylklorformiatet under blanding til den vandige suspensjon eller omrøring inneholdende cyanamidsaltet. Nedsatt alkylklorformiatforbruk fåes når pH av cyanamidsaltsuspensjonen i vann først senkes fra ca. pH 12 til pH 8 - 10 ved tilsetning av mineralsyre før alkylklorformiatet tilsettes. Når en cyanamid-vannoppløsning anvendes, kan alkylklorformiatet og base tilsettes samtidig til cyanamidoppløsningen. Under denne samtidige tilsetning bør fortrinnsvis den molare mengde av base tilsatt på et hvilket som helst tidspunkt være ekvivalent eller litt i overskudd over den molare mengde av klorformiat.

I det første trinn bør pH holdes ved stort sett nøytrale eller basiske betingelser, dvs. innen området fra 6 til 13. Som tidligere nevnt kan, når fritt cyanamid anvendes, dette pH-område opprettholdes ved tilsetning av base etter behov. Når en vandig cyanamidoppløsning anvendes, er det foretrukne pH-område fra 7 til 9. Med cyanamidsalter foretrekkes det imidlertid å opprettholde pH mellom 8 og 10.

Temperaturen i dette første reaksjonstrinn er ikke kritisk innen området 0 - 105°C, i alminnelighet foretrekkes området 25 - 60°C. Om ønskes kan dette trinn utføres ved høyere temperaturer under trykk.

Reaksjonen er hurtig, og produktet er stabilt i reaksjonsmediet, og reaksjonstiden er således ikke kritisk og produktet kan anvendes direkte i det annet trinn eller oppbevares en tid, avhengig av hva som ønskes fra et utstyrssynspunkt. I alminnelighet vil reaksjonstiden avhenge av varmeoverføringshastigheten og kan være fra 5 minutter til 2 timer.

Når cyanamidsalter av teknisk kvalitet har vært anvendt til det første trinn, er av og til uoppløselige forurensninger og salter, f.eks. calciumsalter, tilstede i reaksjonsblandingen. Det foretrekkes da å frafiltrere disse forurensninger før man går til trinn 2.

I det annet reaksjonstrinn tilsettes o-fenylendiamin til reak-

sjonsproduktet fra trinn 1, eller hvis cyanamidsalter har vært anvendt, til det filtrerte reaksjonsprodukt, i et vandig surt medium for å danne 2-benzimidazolcarbaminsyre-alkylesteren. o-fenylendiaminet kan tilsettes til reaksjonsproduktet mens produktet er ved den temperatur det hadde under det første reaksjonstrinn, 0 - 105°C.

For å utføre kondensasjonen og ringslutningen bør i det annet reaksjonstrinn pH holdes i området 1 - 5, fortrinnsvis 2,5 - 4,5 ved tilsetning av syre etter behov. pH kan holdes på den ønskede verdi ved tilsetning av en hvilken som helst syre, f.eks. maursyre, eddiksyre, saltsyre, svovelsyre, fosforsyre, hydroxyeddiksyre, sulfaminsyre og lignende. Eventuelt kan o-fenylendiaminet være i form av et mineralsyresalt eller kan tilsettes som en oppløsning i vann. Når o-fenylendiaminsalter anvendes, vil mengden av syrer som kreves for å gi den ønskede pH, være tilsvarende lavere.

Den annen reaksjon vil foregå ved temperaturer over 40°C, og det foretrekkes å oppvarme under dette trinn for å påskynde den fullstendige reaksjon. Varmetilførselen er viktig idet reaksjonen i det annet trinn ville være for langsom ved lave temperaturer. Reaksjonsblandingen bør holdes ved fra 40°C til tilbakeløpstemperaturen, fortrinnsvis 60 - 105°C. Det annet reaksjonstrinn kan også utføres under trykk hvis dette ønskes. Hvis dette gjøres, kan temperaturen gå opp til 130°C.

Under oppvarmningstrinnet vil det ønskede produkt felles. Avslutningen av felningen er således et tegn på at reaksjonsblandingen har vært oppvarmet i tilstrekkelig tid til at reaksjonen er fullstendig. Tiden er ikke kritisk, og avhenger av temperatur og pH. Ved en pH på 2,5 - 4,5 og en temperatur mellom 70 og 105°C kan reaksjonstiden således være 5 - 30 minutter. Når lavere temperaturer anvendes, vil tiden være lengre, og hvis pH ikke holdes i området 1 - 5, vil reaksjonen være meget langsom eller ikke foregå i det hele tatt.

Det ønskede produkt kan utvinnes på hvilken som helst konvensjonell måte, f.eks. sprøytetørring, filtrering eller sentrifugering, eller det kan overføres til et annet flytende medium ved avdestillasjon av vannet.

I totalreaksjonen kan reaktantene anvendes i de molekvivalentforhold som er angitt i den følgende tabell:

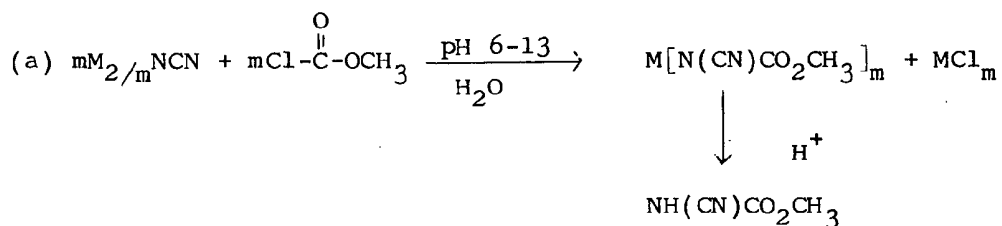
123460

8

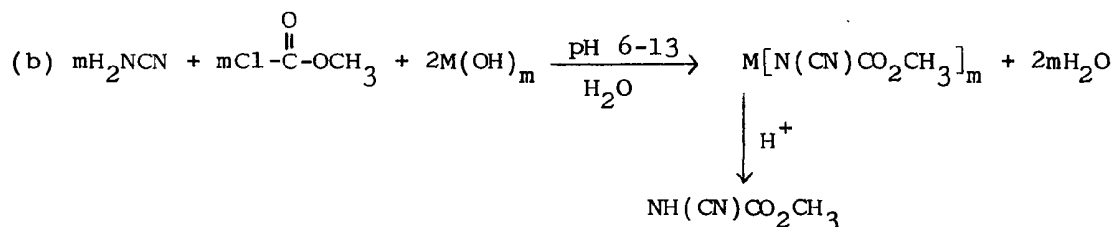
<u>Reaktanter</u>	<u>Molekvi- valenter</u>	<u>Foretrukne molekvivalenter</u>
Cyanamid eller cyanamid-salter	1 til 3	1 til 2,2
alkyl-klorformiat	1 til 3	1 til 1,8
o-fenylendiamin eller derivater derav	1	1

Molarkonsentrasjonene er ikke kritiske ved den øvre grense, men det vil ikke være praktisk eller økonomisk å anvende større mengder. Det er åpenbart at konsentrasjonen i det annet trinn vil avhenge av konsentrasjonen i det første trinn.

Det har også vist seg at det første trinn av denne reaksjon har gitt en ny forbindelse, methylcyanocarbamat. Denne forbindelse kan fremstilles ved å omsette methylklorformiat med et cyanamid-salt og derpå syre den dannede oppløsning, eller omsette methylklorformiatet med cyanamid i nærvær av en base, som natriumhydroxyd, og derpå syre den dannede oppløsning. Denne reaksjon illustreres av følgende ligninger:



eller



Det således dannede methylcyanocarbamat kan isoleres ved ekstraksjon med organiske oppløsningsmidler om ønskes, imidlertid kan ovenstående oppløsning inneholdende methylcyanocarbamatet anvendes i det annet trinn av foreliggende fremgangsmåte. Produktet, methylcyanocarbamat, er derfor en nyttig forbindelse ved det at den kan omsettes med o-fenylendiamin under dannelsen av 2-benzimidazol-

carbaminsyre-methylester.

Som tidligere nevnt, gir foreliggende fremgangsmåte bedre utbytte enn fremgangsmåten ifølge belgisk patent 666.795. Således fåes ifølge det belgiske patent i eksempel 4 et råutbytte på 13,7% og et utbytte på 7,3% rensset produkt, i eksempel 6 fåes et råutbytte på 24,4% med 11,3% rensset produkt og i eksempel 7 et utbytte på 1%. Ved foreliggende fremgangsmåte fåes utbytter på 82 - 93% og høyere.

De følgende forsøk viser at utførelsen av det annet trinn ved en pH på 1 - 5 er viktig.

Forsøk

Fremstilling av metyl-2-benzimidazolcarbamater

Prøve 1: Hensikt å vise den gunstige virkning av regulert syretilsetning i annet trinn av fremgangsmåten

En 1000 ml kolbe ble forsynt med rører, termometer, dråpetrakt og pH-sonde. 89,0 g (0,823 mol) o-fenylendiamin og 483 g (0,994 mol) metylcyanocarbamat-natriumsalt-oppløsning ble tilsatt til kolben. Denne blanding ble oppvarmet med en mantel, og derpå ble tilsetningen av konsentrert HCl begynt.

<u>Tid</u>	<u>Temperatur °C</u>	<u>pH</u>	<u>ml HCl tilsatt</u>
1352	62	9,0	0
1357	75	4,0	100
1358			
1359	83	4,0	113
1401	91	4,3	113
1402	96	4,7	113
1404	96	5,0	113
1405	97	5,3	113
1407	96	5,8	113
1410	97	4,5	135
1412	97	4,0	142
1414	96	4,1	142
1433	90	4,1	147
1503	90	4,0	149
1543	90	3,9	150 (177 g, 1,8 mol)

Reaksjonsblandingen ble avkjølt til 40°C og filtrert. Det faste produkt ble vasket rikelig med vann og derpå med aceton. Det

123460

10

ble overført på et brett og fikk tørre over natten.

Dette ga 132,9 g methyl-2-benzimidazolcarbammat, hvilket svarer til et utbytte på 84,5% beregnet på o-fenylendiaminet.

Prøve 2: Hensikt å vise den uheldige virkning av ikke å tilsette syre i det annet trinn av fremgangsmåten

En 1000 ml kolbe ble forsynt med rører, termometer og pH-sonde. 86,6 g (0,80 mol) o-fenylendiamin og 469 g (0,96 mol) av en oppløsning av natriumsaltet av methylcyanocarbamat ble tilsatt. Oppvarmingen ble påbegynt.

<u>Tid</u>	<u>Temperatur °C</u>	<u>pH</u>
1452	65	9,1
1456	90	9,4
1517	84	9,3
1550	90	9,6
1630	92	9,7

Blandingen ble hensatt over natten.

De faste stoffer ble oppsamlet ved filtrering og vasket med vann og aceton. Dette ga 46,7 g uomsatt o-fenylendiamin, sm.p. 98 - 101°C. Dette forsøk viser nødvendigheten av syretilsetning i det annet trinn av fremgangsmåten.

For ytterligere å belyse foreliggende oppfinnelse skal følgende eksempler gies.

Eksempel 1

Fremstilling av 2-benzimidazolcarbaminsyre-methylester

75,6 deler methylklorformiat tilsettes under god omrøring til en suspensjon av 80 deler calciumcyanamid av teknisk kvalitet og 300 deler vann. Temperaturen holdes ved 40 - 50°C ved isbadavkjøling. Etter omrøring av reaksjonsblandingen i 1 time filtreres blandingen, og de uoppløselige stoffer vaskes i porsjoner med 100 deler vann.

Til det forenede vaskevann og filtrat tilsettes 43,2 deler o-fenylendiamin. Blandingens pH innstilles på 3,5 ved tilsetning av konsentrert saltsyre. Oppløsningen oppvarmes så hurtig til 90°C, og temperaturen holdes i området 90 - 98°C i 30 minutter. I denne tid holdes pH ved 2,5 - 3,1 ved tilsetning av konsentrert saltsyre.

Reaksjonsblandingen filtreres så, og det faste stoff vaskes med vann og aceton, og tørres så i en vakuumovn ved 120°C. Dette fører til et utbytte av 64 deler 2-benzimidazolcarbaminsyre-methylester eller et utbytte på 83,3%, beregnet på o-fenylendiaminet.

Eksempel 2

Fremstilling av 2-benzimidazolcarbaminsyre-methylester

Til et passende reaksjonskar tilsettes 50,4 deler av en 50%-ig cyanamidoppløsning og 250 deler vann. Derpå tilsettes 56,8 deler metylklorformiat og 88 deler 50%-ig natriumhydroxyd samtidig. Blandingens pH reguleres ved 8,0 - 8,5 ved tilsetningshastigheten av natriumhydroxyd, og temperaturen holdes nær 40°C ved isbadavkjøling.

Den dannede oppløsning omsettes videre ved tilsetning av 54 deler o-fenylendiamin. Blandingen bringes til pH 3,5 med konsentrert saltsyre. Blandingen oppvarmes så hurtig til 90°C og i 30 minutter holdes temperaturen mellom 91 og 97°C. I denne tid holdes pH ved 3,0 - 3,6 ved tilsetning av konsentrert saltsyre. Den dannede blanding avkjøles så til 60°C og filtreres. Blandingen vaskes med vann og aceton og tørres i vakuumovn ved 130°C. Dette gir 78,9 deler 2-benzimidazolcarbaminsyre-methylester, eller et utbytte på 82,6%, beregnet på o-fenylendiaminet.

Eksempel 3

Fremstilling av 2-benzimidazolcarbaminsyre-methylester

Til en reaktor med kappe og forsynt med innmatningsåpninger, rør, tilbakeløpskjøler og pH-sonde, tilsettes 32 deler 50%-ig cyanamidoppløsning og 100 deler vann. 41,1 deler metylkloridformiat og 67 deler 50%-ig natriumhydroxydoppløsning innføres samtidig slik at oppløsningens pH holdes ved 7 - 7,5 og reaksjonstemperaturen ved 40 - 50°C. Oppløsningen holdes ved 50°C i 45 minutter og derpå tilsettes 36 deler o-fenylendiamin. Oppløsningens pH holdes ved 3,9 - 4,1 ved gradvis tilsetning av 65 deler 37%-ig saltsyre. Oppløsningen oppvarmes til 105°C og holdes ved denne temperatur i 30 minutter. I løpet av denne tid begynner produktet å krystallisere. Reaksjonsmassen avkjøles til 25 - 30°C, og det faste produkt frafiltreres, vaskes med vann og aceton og tørres i vakuumovn ved 80°C, hvilket gir 59,6 deler 2-benzimidazolcarbaminsyre-methylester. Dette representerer et produktutbytte på 93,5%, beregnet på o-fenylendiaminet.

123460

12

Eksempel 4

De følgende produkter ble fremstilt ved fremgangsmåten i eksempel 1. De anvendte utgangsmaterialer og de erholdte produkter i dette eksempel er oppført i den følgende tabell. Mengdene av utgangsmaterialer er ekvivalente på molekylærbasis med dem i eksempel 1.

Tabell

Utgangsmaterialer			Produkt
Cyanamid	Alkyl-klor-formiat	o-fenylendiamin	
natrium-cyanamid	metylklor-formiat	3-metyl-o-fenylendiamin	4-metyl-2-benzimidazol-carbaminsyre-methylester
kalium-cyanamid	propylklor-formiat	3-klor-o-fenylendiamin	4-klor-2-benzimidazol-carbaminsyre-propylester
calcium-cyanamid	isopropyl-klorformiat	o-fenylendiamin	2-benzimidazol-carbaminsyre-isopropylester
calcium-cyanamid	ethylklor-formiat	4-brom-o-fenylendiamin	5-brom-2-benzimidazol-carbaminsyre-ethylester
magnesium-cyanamid	isobutyl-klor-formiat	3-nitro-o-fenylendiamin	4-nitro-2-benzimidazol-carbaminsyre-isobutylester

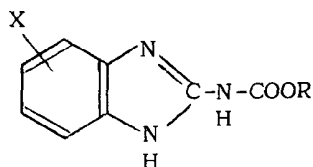
Eksempel 5Fremstilling av 2-benzimidazolcarbaminsyre-ethylester

Til en reaktor med kappe forsynt med påmatningsåpninger, rør, tilbakeløpskjøler, avlednings- og injeksjonspumper og pH-sonde tilsettes 32 deler 50%-ig cyanamidoppløsning og 100 deler vann. Til denne omrørte oppløsning tilsettes samtidig 47,5 deler ethylklorformiat og 67 deler 50%-ig natriumhydroxydoppløsning. pH holdes ved 7 - 7,5 og reaksjonstemperaturen ved 40 - 50°C. Opp-løsningen omrøres i ytterligere 45 minutter ved 50°C.

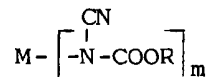
Til den dannede oppløsning inneholdende ethylcyanocarbamat-natriumsalt-mellomproduktet tilsettes 36 deler o-fenylendiamin. Karet lukkes for å motstå trykk av størrelsesorden 2 - 3 atmosfærer. Tilsammen 65 deler 37%-ig saltsyre pumpes etter hvert inn for å holde pH ved 3,9 - 4,1 mens oppløsningen oppvarmes og holdes ved 130°C i 20 minutter. Reaksjonsblandingen avkjøles til den omgivende temperatur, filtreres, og det faste materiale vaskes først med vann og derpå med aceton. Filterkaken tørres i vakuumovn ved 80°C og representerer et utmerket utbytte av 2-benzimidazolcarbaminsyre-ethylester.

P a t e n t k r a v

Fremgangsmåte ved fremstilling av 2-benzimidazolcarbaminsyre-estere av formelen:



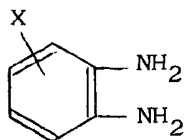
hvor R er alkyl med 1 - 4 carbonatomer, og X er hydrogen, halogen, nitro eller alkyl med 1 - 4 carbonatomer, i to trinn ved at i første omsettes cyanamid eller et cyanamidsalt med et alkylklorformiat hvorefter reaksjonsproduktet i annet trinn omsettes med et o-fenylendiamin, k a r a k t e r i s e r t v e d a t omsetningen i første trinn foregår i et i det vesentlige nøytralt til basisk vandig medium ved en temperatur mellom 0° og 105°C under dannelse av et alkylcyanocarbamatsalt, av formelen:



hvor R er som ovenfor angitt, M er et alkalimetall eller et jordalkalimetall, og m er valensen av M, som i annet trinn omsettes med et o-fenylendiamin av den generelle formel:

123460

14



hvor X er som ovenfor angitt, i et surt vandig medium ved en temperatur på 40 - 130°C inntil felningen av den ønskede 2-benzimidazol-carbaminsyreester er fullstendig, hvorefter det dannede produkt utvinnes fra reaksjonsblandingen.

Anførte publikasjoner:

U.S. patent nr. 3.010.968

Elderfield, R.C. Heterocyclic Compounds 5, New York, 1957, p. 280-281