

RUDOLF GOMPPER und OTTO CHRISTMANN

Untersuchungen in der Azolreihe, XII¹⁾

2-Amino-oxazole²⁾

Aus dem Institut für Organische Chemie und Organisch-Chemische Technologie
der Technischen Hochschule Stuttgart

(Eingegangen am 10. April 1959)

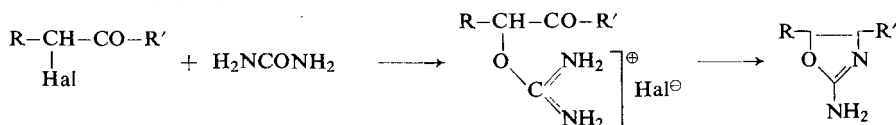
α -Halogen-ketone setzen sich mit Harnstoff, *N*-mono- und *N,N*-disubstituierten Harnstoffen in Dimethylformamid als Lösungsmittel zu 2-Amino-oxazolen um.

Auf ihre Umwandlung in 2-Amino-imidazole wird hingewiesen.

Außer den in der XI. Mitteil.¹⁾ dieser Reihe beschriebenen 2-Amino-oxazolen (hergestellt durch Umsetzung der 2-Chlor-oxazole mit primären und sekundären Aminen) sind bis jetzt nur wenige 2-Amino-oxazole bekannt.

α,β -Dichlor-diäthyläther, Chlor- und Brom-acetal setzen sich mit Harnstoff in wäßriger Lösung zum 2-Amino-oxazol um (Ausbeuten 4–7 %^{3,4)}. 4,5-Dimethyl-2-amino-oxazol ist in Form seines Sulfonamids erwähnt⁵⁾. 2-Diäthylamino-4-methyl-oxazol bildet sich in 9-proz. Ausbeute aus Chloraceton und *N,N*-Diäthyl-harnstoff in Wasser⁶⁾. Ohne Angabe der Ausbeute ist schließlich die Umsetzung des α -Brom-acetophenons mit Na-Cyanamid zum 2-Amino-5-phenyl-oxazol aufgeführt⁷⁾.

Berücksichtigt man die Gesetzmäßigkeiten, die den Ablauf der Umsetzungen von Carbonsäureamiden mit Alkylierungsmitteln beherrschen⁸⁾, so gelangt man für die Einwirkung von Harnstoff auf α -Halogen-ketone zu einem Reaktionsschema, das eine Parallele zu dem der Synthese von 2-Amino-thiazolen aus α -Halogen-ketonen und Thioharnstoff darstellt:



Die Umsetzung von α -Halogen-ketonen mit Harnstoff stellt demnach einen erfolgversprechenden Weg dar, zu *N*-unsubstituierten 2-Amino-oxazolen zu gelangen, die aus 2-Chlor-oxazolen und Ammoniak nicht ohne weiteres zugänglich sind¹⁾. Im Gegensatz zu der glatt verlaufenden *O*-Methylierung des Harnstoffs z.B. mit *p*-

¹⁾ XI. Mitteil.: R. GOMPPER und F. EFFENBERGER, Chem. Ber. **92**, 1928 [1959].

²⁾ Diplomarb. O. CHRISTMANN, Techn. Hochschule, Stuttgart 1957.

³⁾ G. W. ANDERSON, H. EFAITH, H. W. MARSON, P. S. WINNEK und R. O. ROBLIN, J. Amer. chem. Soc. **64**, 2902 [1942]; G. W. ANDERSON, Amer. Pat. 2362337 [1944]; C. A. **39**, 25164 [1945].

⁴⁾ L. C. LEITCH und L. BRICKMAN, Amer. Pat. 2230962 [1941]; C. A. **35**, 32702 [1941].

⁵⁾ W. LOOP, E. LUHRS und P. HAUSCHILDT (NORDMARK-WERKE), Amer. Pat. 2809966 [1957]; C. A. **52**, 3867 [1958].

⁶⁾ J. HAGIWIWA, J. pharmac. Soc. Japan [Yakugakuzasshi] **73**, 1310 [1953]; C. A. **49**, 208 e [1955].

⁷⁾ E. FROMM und R. KAPPELLER-ADLER, Liebigs Ann. Chem. **467**, 262 [1928].

⁸⁾ Vgl. R. GOMPPER und O. CHRISTMANN, Chem. Ber. **92**, 1935 [1959], vorstehend.

Toluolsulfonsäure-methylester⁹⁾ sind nun aber die Ausbeuten bei diesen 2-Amino-oxazol-Synthesen sehr schlecht. Der Grund dafür dürfte darin zu suchen sein, daß aus α -Halogen-ketonen und Harnstoff prinzipiell auch Imidazolone-(2) entstehen können. Wir haben uns deshalb bemüht, Bedingungen zu finden, unter denen die Bildung der Imidazolone-(2) gegenüber der der 2-Amino-oxazole zurücktritt. Als entscheidend erwies sich die Wahl des Lösungsmittels. Auf Grund vergleichender Versuche ist das Dimethylformamid, das polaren Charakter mit hohem Siedepunkt und sehr guten Lösungseigenschaften verbindet, am besten geeignet. Einige Beobachtungen mögen seine Vorteile gegenüber anderen Lösungsmitteln illustrieren:

Schmilzt man α -Brom-butyrophenon mit Harnstoff im Mol.-Verhältnis 1:1 bis 1:10 zusammen, so erhält man bei Temperaturen bis zu 170° lediglich braunrote Harze. In Xylol als Lösungsmittel tritt keine Umsetzung ein (Zusatz von Pyridin bewirkt Verharzung); in wasserfreiem Pyridin bilden sich undefinierte Produkte. Acetonitril, das sich wegen seiner hohen DK anbietet, löst zwar (im Gegensatz zu Xylol) den Harnstoff sehr gut, liefert jedoch infolge seines tiefen Siedepunktes nur sehr wenig 2-Amino-5-äthyl-4-phenyl-oxazol.

Für die Umsetzung der α -Halogen-ketone mit Harnstoff in Dimethylformamid ist die Reaktionstemperatur sehr wichtig. In Reihenversuchen stellte sich eine solche von 105°, die sehr genau eingehalten werden muß, als besonders günstig heraus. Mit steigender Temperatur wächst der Anteil des gebildeten Imidazolons-(2). Bei 142° wurde z.B. bei der Umsetzung des α -Brom-butyrophenons nur noch 4(5)-Äthyl-5(4)-phenyl-imidazol-(2) isoliert. Temperaturen unter 105° verlängern die Reaktionszeit unerwünscht; evtl. bleibt der größte Teil des Halogenketons unverändert. Auch wenn man die Grenze von 105° nicht überschreitet, enthält das Rohprodukt neben den 2-Amino-oxazolen stets Imidazolone-(2). Für die Ausbeuteverteilung ist die bei der Umsetzung des α -Brom-propiofenons beobachtete charakteristisch:

	Ausbeute in % d. Th.
2-Amino-5-methyl-4-phenyl-oxazol	43
4(5)-Methyl-5(4)-phenyl-imidazol-(2)	17
4(5)-Methyl-5(4)-phenyl-imidazol	1.3

Das Auftreten des Imidazols muß man sich so erklären, daß aus Harnstoff Ammoniak frei wird, das das α -Halogen-keton z. T. in das α -Amino-keton umwandelt, aus dem dann unter dem Einfluß von Dimethylformamid und weiterem Ammoniak das Imidazol hervorgeht.

Tab. 1 zeigt die auf die beschriebene Weise gewonnenen 2-Amino-oxazole.

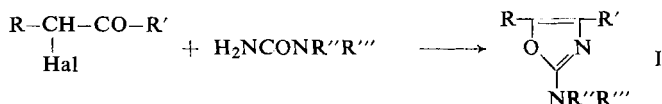
Tab. 1. 2-Amino-oxazole aus α -Halogen-ketonen und Harnstoff in Dimethylformamid bei 105°

2-Amino-oxazol	Schmp. °C	Ausb. (% d. Th.)
4-Phenyl-	142	16.4
5-Methyl-4-phenyl-	106	43
5-Äthyl-4-phenyl-	86	68
5-n-Propyl-4-phenyl-	121	50
5-n-Butyl-4-phenyl-	fl.	46
4.5-Diphenyl-	142	91
4.5-Dimethyl-	fl.	27

⁹⁾ J. W. JANUS, J. chem. Soc. [London] 1955, 3551.

Der oben angeführte Mechanismus der 2-Amino-oxazol-Bildung läßt sich noch auf folgende Weise stützen: α -Brom-acetophenon hätte, ließe man die theoretischen Gesichtspunkte außer acht, zwei Umsetzungsmöglichkeiten: Einerseits die Bildung des 2-Amino-4-phenyl-oxazols, andererseits die des 2-Amino-5-phenyl-oxazols. Das 2-Amino-5-phenyl-oxazol ist nun bereits bekannt⁷⁾ (Schmp. 216°). Die aus α -Brom-acetophenon und Harnstoff synthetisierte Verbindung schmilzt demgegenüber bei 142° und muß somit das 2-Amino-4-phenyl-oxazol darstellen. Das Brom ist also durch den Sauerstoff des Harnstoffs verdrängt worden, nicht durch den Stickstoff.

Erwartungsgemäß setzen sich auch *N*-mono- und *N,N*-disubstituierte Harnstoffe mit α -Halogen-ketonen zu entsprechend *N*-substituierten 2-Amino-oxazolen (s. Tab. 2) um:



Tab. 2. *N*-Substituierte 2-Amino-oxazole aus α -Halogen-ketonen und *N*-mono- und *N,N*-disubstituierten Harnstoffen in Dimethylformamid bei 105° (R, R', R'', R''' wie in I)

R	R'	R''	R'''	Schmp. °C	Ausb. (% d. Th.)
H	C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃	76	16
CH ₃	C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃	48	44
CH ₃	C ₆ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	—	48
C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃	—	43
C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	—	13

Reaktionen der 2-Amino-oxazole

Die Aminogruppe in Stellung 2 ist wie die von 2-Amino-imidazolen¹⁰⁾ nicht diazotierbar, im Gegensatz zu Aminogruppen in 4- oder 5-Stellung von Imidazolen¹⁰⁾. Auch der Versuch, die Umwandlung des 2-Amino-pyridins in 2-Brom-pyridin mittels Broms und Natriumnitrits¹¹⁾ auf die 2-Amino-oxazole zu übertragen, schlug fehl.

2-Amino-4.5-diphenyl-oxazol setzt sich mit siedendem Formamid¹²⁾ zu 2-Formamino-4.5-diphenyl-imidazol um. Damit steht eine weitere Methode zur Herstellung von substituierten 2-Amino-imidazolen zur Verfügung.

Durch Nitrierung des 2-Dimethylamino-4-phenyl-oxazols gelangt man in 97-proz. Ausbeute zum 5-Nitro-2-dimethylamino-4-[*p*-nitro-phenyl]-oxazol (formuliert in Analogie zu entsprechenden Imidazol-Reaktionen¹³⁾).

Herrn Professor Dr. HELLMUT BREDERECK sind wir für die Förderung dieser Arbeit zu großem Dank verpflichtet.

¹⁰⁾ R. BURTLES und F. L. PYMAN, J. chem. Soc. [London] **127**, 2012 [1918].

¹¹⁾ Org. Syntheses, Coll. Vol. III, S. 136.

¹²⁾ G. THEILIG, Chem. Ber. **86**, 96 [1953].

¹³⁾ R. L. GRANT und F. L. PYMAN, J. chem. Soc. [London] **119**, 1897 [1921].

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Allgemeine Arbeitsvorschrift: Das als Lösungsmittel verwendete Dimethylformamid wurde durch Destillation mit Benzol und anschließende Vakuumdestillation gereinigt. Die Temperatur des Heizbades wurde auf 105° ($\pm 2^\circ$) gehalten. Das Mol.-Verhältnis von α -Halogenketon zu Harnstoff betrug in allen Fällen 1:5. Nach beendeter Reaktion wurde das Dimethylformamid i. Vak. abdestilliert, der Rückstand mit 10-proz. Natronlauge versetzt und mit Äther ausgeschüttelt. Nach Trocknen mit Natriumsulfat wurde der Äther verjagt und das ölige 2-Amino-oxazol i. Vak. destilliert.

2-Amino-4-phenyl-oxazol: Aus 19.9 g α -Brom-acetophenon und 30 g Harnstoff in 80 ccm Dimethylformamid. Reaktionsdauer 50 Stdn. Destillation: 1. Frakt. Sdp._{0.1} 80–110° (0.6 g), 2. Frakt. Sdp._{0.1} 130° (2.3 g). Ausb. 2.6 g (16.4 % d. Th.), unter Einschluß einer Pikratfällung von 0.8 g (= 0.33 g Oxazol) aus der 1. Frakt. Farblose, glänzende Blättchen (aus Toluol und hochsiedendem Petroläther umkristallisiert), Schmp. 142°.

Pikrat: Lange gelbe Nadeln (aus Methanol), Schmp. 207° (Zers.).

$C_9H_8N_2O \cdot C_6H_5N_3O_7$ (389.3) Ber. C 46.28 H 2.85 N 17.99 Gef. C 46.66 H 3.11 N 17.40

2-Amino-5-methyl-4-phenyl-oxazol: Aus 21.3 g α -Brom-propiofenon und 30 g Harnstoff in 75 ccm Dimethylformamid (49 Stdn.). Destillation: 1. Frakt. Sdp._{0.03} 60–110° (2 g; verworfen), 2. Frakt. Sdp._{0.03} 140–146° (7.5 g), 3. Frakt. Sdp._{0.03} 210° (3 g). Die 2. Frakt. erstarrte kurz nach der Destillation. Kleine farblose Nadeln (aus hochsiedendem Petroläther), Schmp. 106°. Ausb. 7.5 g (43 % d. Th.).

$C_{10}H_{10}N_2O$ (174.3) Ber. C 68.89 H 5.78 N 16.15 Gef. C 69.13 H 5.75 N 16.28

Pikrat: Lange gelbe Nadeln (aus Methanol), Schmp. 184°.

Die beim Umkristallisieren des Amino-oxazols zurückgebliebene Substanz wurde in heißem Äthanol aufgenommen. Beim Versetzen mit heißem Wasser fielen farblose, glänzende Blättchen aus; Schmp. 185°. Nach Schmp. und Misch-Schmp. handelte es sich um 4(5)-Methyl-5(4)-phenyl-imidazol¹⁴). Ausb. 0.2 g (1.3 % d. Th.).

Die 3. Frakt. (zähes, braunrotes Öl) wurde aus Äthanol umkristallisiert. Das gewonnene bräunliche Pulver sinterte bei 250° etwas und schmolz bei 290°. 4(5)-Methyl-5(4)-phenyl-imidazol-(2), Schmp. 287–289°, entspr. d. Lit.¹⁵). Ausb. 3 g (17 % d. Th.).

2-Amino-5-äthyl-4-phenyl-oxazol: Aus 92 g α -Brom-butyrophenon und 120 g Harnstoff in 300 ccm Dimethylformamid (45 Stdn.). Destillation: 1. Frakt. Sdp._{0.04} 160–171° (52 g), 2. Frakt. Sdp._{0.04} 210–225° (23 g). Die 1. Frakt. erstarrte zu gelblichen Kristallen; Schmp. 86° (aus hochsiedendem Petroläther). Ausb. 52 g (68 % d. Th.).

$C_{11}H_{12}N_2O$ (188.2) Ber. C 70.18 H 6.43 N 14.88 Gef. C 70.41 H 6.42 N 14.68

Pikrat: Dunkelgelbe Prismen (aus Methanol), Schmp. 173°.

Die 2. Frakt. wurde langsam fest. Gelbliche Kristalle (aus Äthanol), Schmp. 238°. 4(5)-Äthyl-5(4)-phenyl-imidazol-(2), Ausb. 23 g (31 % d. Th.).

$C_{11}H_{12}N_2O$ (188.2) Ber. N 14.88 Gef. N 14.89

2-Amino-5-n-propyl-4-phenyl-oxazol: Aus 24.1 g α -Brom-valerophenon und 30 g Harnstoff in 75 ccm Dimethylformamid (62 Stdn.). Destillation: 1. Frakt. Sdp._{0.01–0.03} 140–190° (10.1 g), 2. Frakt. Sdp._{0.03} 210–225° (7.3 g). 1. Frakt. nochmals destilliert, Sdp._{0.002} 135 bis 155°. Durch Umkristallisieren aus hochsiedendem Petroläther nach einigen Tagen farblose

¹⁴) G. CARRARA, V. D'AMATO und R. PAGANI, Chim. e Ind. [Milano] 28, 9 [1946]; C. A. 40, 7241⁴ [1946].

¹⁵) L. BEHR-BREGOWSKI, Ber. dtsch. chem. Ges. 30, 1515 [1897].

Kristalle, die von anhaftendem Sirup durch Waschen mit Petroläther befreit wurden. Schmp. 121°. Ausb. 10.1 g (50 % d. Th.).

Pikrat: Tiefgelbe Kristalle (aus Methanol), Schmp. 161°.

$C_{12}H_{14}N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (431.4) Ber. C 50.10 H 3.97 N 16.24

Gef. C 50.25 H 3.95 N 16.51

(Bei der 2. Frakt., die nicht näher untersucht wurde, handelt es sich vermutlich um 4(5)-*n*-Propyl-5(4)-phenyl-imidazol-(2)).

2-Amino-5-n-butyl-4-phenyl-oxazol: Aus 25.5 g α -Brom-caprophenon und 30 g Harnstoff in 75 ccm Dimethylformamid (62 Stdn.). Destillation: 1. Frakt. Sdp._{0.02} 140–157° (10 g), 2. Frakt. Sdp._{0.09} 215–225° (7.2 g). Die 1. Frakt. (10 g = 46 % d. Th.) bildete ein *Hydrochlorid*, das zunächst ölig anfiel, dann nach 1 Woche zu farblosen Kristallen erstarrte. Schmp. 162° (Sintern bei 145°).

$C_{13}H_{16}N_2O$ (216.2) Ber. N 12.95 Gef. N 12.73

Pikrolonat: Braungelbes, feinkristallines Pulver (aus Äthanol gefällt), Schmp. 254°.

$C_{13}H_{16}N_2O \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ (480.5) Ber. C 57.49 H 5.03 N 17.49

Gef. C 59.32 H 5.16 N 17.61

(Bei der 2. Fraktion handelte es sich den Eigenschaften nach um 4(5)-*n*-Butyl-5(4)-phenyl-imidazol-(2)).

2-Amino-4,5-diphenyl-oxazol: Aus 27.5 g *Desyl-bromid* und 30 g Harnstoff in 75 ccm Dimethylformamid (50 Stdn.). Die Verbindung kristallisierte beim Einengen der äther. Lösung aus und wurde aus hochsiedendem Petroläther umkristallisiert. Ausb. 21.6 g (91 % d. Th.). Schmp. 142°.

Pikrat: Aus Methanol gefällt, Schmp. 222°.

$C_{15}H_{12}N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (465.3) Ber. C 54.20 H 3.24 N 15.04 Gef. C 54.10 H 3.25 N 14.84

2-Amino-4,5-dimethyl-oxazol: Aus 15.1 g α -Bromäthyl-methylketon und 30 g Harnstoff in 75 ccm Dimethylformamid (50 Stdn.). Sdp._{0.04} 90–110°. Ausb. 3 g (27 % d. Th.). Gelbliches leicht bewegliches Öl.

Pikrat: Große gelbe Nadeln (aus Methanol gefällt), Schmp. 213°.

$C_3H_8N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (343.2) Ber. C 38.49 H 3.23 N 20.99 Gef. C 38.47 H 3.24 N 20.99

2-Dimethylamino-5-methyl-4-phenyl-oxazol: Aus 23.5 g α -Brom-propiophenon und 44 g *N,N*-Dimethyl-harnstoff in 75 ccm Dimethylformamid (50 Stdn.). Destillation: 1. Frakt. Sdp._{0.02} 60–110° (1.3 g), 2. Frakt. Sdp._{0.02} 112–115° (4.8 g), 3. Frakt. Sdp._{0.02} 170–200° (3 g). Die 2. Frakt. erstarrte sofort zu farblosen Kristallen, die zur Entfernung von Dimethylharnstoff in 20-proz. Salzsäure gelöst und mit Na-Hydrogencarbonat wieder ausgefällt wurden. Farblose Prismen (aus Äthanol), Schmp. 48°. Ausb. 9 g (44.5 % d. Th.) unter Einbeziehung von 9 g Pikratfällung (= 4.2 g Oxazol) aus der 1. und 3. Fraktion.

$C_{12}H_{14}N_2O$ (202.2) Ber. C 71.25 H 6.98 N 13.85 Gef. C 71.40 H 6.88 N 13.78

Hydrochlorid: Schmp. 226° (Zers.).

Pikrat: Schmp. 183° (aus Methanol).

$C_{12}H_{14}N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (431.4) Ber. C 50.12 H 3.97 N 16.24 Gef. C 49.83 H 4.04 N 16.48

2-Diäthylamino-5-methyl-4-phenyl-oxazol: Aus 21.3 g α -Brom-propiophenon und 58 g *N,N*-Diäthyl-harnstoff in 75 ccm Dimethylformamid (50 Stdn.). Destillation: 1. Frakt. Sdp._{0.02} 94–96° (8.6 g; überwiegend Diäthylharnstoff), 2. Frakt. Sdp._{0.02} 121–123° (9.6 g).

Die 2. Fraktion erstarrte rasch; Reinigung über das Pikrat, zusammen mit der Pikratfällung aus der 1. Fraktion. Ausb. (aus dem Pikrat berechnet) 11 g (48 % d. Th.).

Pikrat: Schmp. 173° (aus Methanol umkristallisiert).

$C_{14}H_{18}N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (459.4) Ber. C 52.28 H 4.61 N 15.25 Gef. C 52.15 H 4.62 N 15.03

Hydrochlorid: Schmp. 161°.

2-Dimethylamino-4,5-diphenyl-oxazol: Aus 10.5 g *Desyl-chlorid* und 20 g *N.N*-Dimethylharnstoff in 40 ccm Dimethylformamid (48 Stdn.). Sdp._{0.02} 170—200°. Ausb. 5.2 g (43 % d. Th.). Zur Abtrennung des Dimethylharnstoffs wurde das *Pikrat* gefällt; Schmp. 194°.

$C_{17}H_{18}N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (493.4) Ber. C 55.98 H 3.88 N 14.20 Gef. C 56.30 H 3.94 N 14.12

Pikronolat: Rotgelbes Pulver mit Schmp. 284°.

2-Anilino-4,5-diphenyl-oxazol: Aus 23.1 g *Desyl-chlorid* und 68 g *Phenylharnstoff* in 80 ccm Dimethylformamid (50 Stdn.). Die nach Abdestillieren des Dimethylformamids zurückgebliebene Substanz wurde in Methanol gelöst und mit Pikrinsäure versetzt. Das in großen gelben Prismen abgeschiedene *Pikrat* wurde zur Abtrennung von *N.N'*-Diphenylharnstoff in Benzol gelöst, die Lösung filtriert, das Benzol verdampft und der Rückstand aus Methanol umkristallisiert. Schmp. 206° (keine Depression mit einem auf andere Weise¹⁾ hergestellten Präparat). Ausb. (an *Pikrat*) 7 g (13 % d. Th.).

$C_{21}H_{16}N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (541.5) Ber. C 59.89 H 3.54 N 12.94 Gef. C 60.08 H 3.63 N 13.02

2-Dimethylamino-4-phenyl-oxazol: Aus 39.8 g *α-Brom-acetophenon* und 88 g *N.N*-Dimethylharnstoff in 150 ccm Dimethylformamid (48 Stdn.). Sdp._{0.01–0.1} 110—140°. Ausb. 6 g (16 % d. Th.). Die feste Substanz wurde in Salzsäure gelöst und mit Na-Hydrogencarbonat wieder ausgefällt. Gelbliches Pulver, Schmp. 76°. Aus konz. methanol. Lösung fast farblose Blättchen.

Pikrat: Dünne gelbe Blättchen (aus Äthanol umkristallisiert), Schmp. 172° (Zers.).

$C_{11}H_{12}N_2O \cdot C_6H_3N_3O_7$ (417.3) Ber. C 48.92 H 3.62 N 16.79 Gef. C 48.96 H 3.59 N 16.88

5-Nitro-2-dimethylamino-4-[p-nitro-phenyl]-oxazol: 2.2 g *2-Dimethylamino-4-phenyl-oxazol* wurden in 66 ccm konz. Schwefelsäure gelöst; bei –4° ließ man ein Gemisch aus 5.3 ccm konz. Salpetersäure und 25 ccm konz. Schwefelsäure zutropfen. Die Temperatur stieg zeitweilig auf 5—10° an. Nach 2 Stdn. wurde auf Eis gegossen, das ausgeschiedene gelbe Produkt abgesaugt und aus viel Äthanol umkristallisiert. Gelbe Nadelchen mit Schmp. 208° (Zers.). Ausb. 2.7 g (97 % d. Th.).

$C_{11}H_{10}N_4O_5$ (278.2) Ber. C 47.48 H 3.62 N 20.14 Gef. C 47.72 H 3.87 N 20.04

2-Formamino-4,5-diphenyl-imidazol: 2.4 g *2-Amino-4,5-diphenyl-oxazol* wurden mit 25 ccm *Formamid* 4 Stdn. zum schwachen Sieden erhitzt. Die dunkelbraune Lösung wurde in Wasser gegossen, die abgeschiedene braune Substanz abfiltriert, getrocknet und aus Xylol umkristallisiert. Farbloses feinkristallines Pulver mit Schmp. 263° (Zers.). Ausb. 1.9 g (73 % d. Th.).

$C_{16}H_{13}N_3O$ (263.3) Ber. C 72.99 H 4.98 N 15.96 CHO 11.02

Gef. C 73.06 H 5.03 N 16.04 CHO 12.12