



## Experimenteller Teil

*1,3-Diaryl-2,3,4,5,6,7,8,9-octahydro-1H-pyrimido[4,5-b]azepin-2,4-dione (5a–e)*: Mischungen aus 0.15 mol  $\epsilon$ -Caprolactim-methyläther (**1**) und 0.5 mol Arylisocyanat werden 3–5 h bei 150–155° gehalten. Nach Abbruch der Reaktionen werden nicht umgesetzte Ausgangsverbindungen i. Vak. weitgehend entfernt und die zurückbleibenden gelben, hochviskosen Mischungen mit etwa 200 ml Äther verdünnt, wobei die Addukte in farblosen Kristallen abgeschieden werden. Mehrstündiges Kühlen auf 0° ist zur Vervollständigung der Kristallabscheidung oft erforderlich. Reinigung der Rohprodukte erfolgt durch Umkristallisieren aus Chloroform/Äther; Schmp. und Ausbeuten siehe Tabelle.

*5-(4-Aminobutyl)-1,3-diarylbarbitursäuren (6a–d)*: Suspensionen von 0.01 mol der Pyrimidoazepine **5a–d** in 30 ml 10proz. Salzsäure werden 30–50 min in einem auf 130° vorgeheizten Ölbad gehalten. Die entstehenden klaren Lösungen (manchmal entstehende geringe Mengen dunkler öligere Beiprodukte lassen sich durch Dekantieren entfernen) werden mit gesättigter NaHCO<sub>3</sub>-Lösung vorsichtig neutralisiert, die abgeschiedenen farblosen Kristalle nach 30 min Stehenlassen filtriert und mit Wasser gewaschen. Reinigung der Rohprodukte durch Lösen in 10proz. Salzsäure und Fällen mit NaHCO<sub>3</sub>-Lösung; Schmp. und Ausbeuten siehe Tabelle.

Analytische Daten der Verbindungen **5a–e** und **6a–d**

	Aryl	Schmp.	Ausb. (%)	Summenformel (Mol.-Masse)	Analyse			
					C	H	N	Halogen
<b>5a</b>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	265°	38	C <sub>20</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> (333.3)	Ber. 72.05 Gef. 72.07	5.74 5.95	12.61 12.56	—
<b>b</b>	<i>p</i> -CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	245–247°	16	C <sub>22</sub> H <sub>23</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> (361.4)	Ber. 73.10 Gef. 73.14	6.41 6.42	11.63 11.54	—
<b>c</b>	<i>p</i> -F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	252–254°	30	C <sub>20</sub> H <sub>17</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> (369.3)	Ber. 65.03 Gef. 64.92	4.64 4.66	11.38 11.21	10.29 (F) 10.36
<b>d</b>	<i>p</i> -CH <sub>3</sub> O-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	254°	12	C <sub>22</sub> H <sub>23</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (393.4)	Ber. 67.16 Gef. 66.96	5.89 5.79	10.68 10.41	—
<b>e</b>	<i>p</i> -Cl-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	268°	24	C <sub>20</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> (402.3)	Ber. 59.72 Gef. 59.57	4.26 4.11	10.44 10.19	17.62 (Cl) 18.00
<b>6a</b>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	290–292°	88	C <sub>20</sub> H <sub>21</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> (351.4)	Ber. 68.36 Gef. 68.08	6.02 6.07	11.96 11.66	—
<b>b</b>	<i>p</i> -CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	250°	86	C <sub>22</sub> H <sub>25</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> O (388.5)	Ber. 68.02 Gef. 67.74	6.75 6.64	10.82 10.69	—
<b>c</b>	<i>p</i> -F-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	235°	70	C <sub>20</sub> H <sub>19</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> O (396.4)	Ber. 60.59 Gef. 60.74	5.09 5.15	10.60 11.00	9.59 (F) 9.85
<b>d</b>	<i>p</i> -CH <sub>3</sub> O-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	200–210°	80	C <sub>22</sub> H <sub>25</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> (411.1)	Ber. 64.22 Gef. 64.06	6.12 6.25	10.21 10.05	—

[292/72]