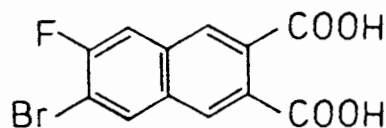


6-Brom-7-fluor-naphthalin-2,3-dicarbonsäure



7b

23,5 g rohes 2-Brom-4,5-bis(dibrommethyl)-fluorbenzol 2 (ausgehend von 9,3 g (46 mMol) 2-Brom-4,5-dimethylfluorbenzol VI) wurden in 210 ml abs. DMF gelöst und 19,9 g (203 mMol) Maleinsäureanhydrid und 40,0 g (0,267 Mol) Natriumjodid zugegeben. Danach wurde das Gemisch 3 Stunden im Wasserstrahlvakuum (ca 20 mm) bei 90° stark gerührt (DC: CHCl₃/MeOH/NH₄OH 60:35:5). Anschließend wurde auf Raumtemperatur abgekühlt und auf 500 ml 10%ige NaHSO₃-Lösung gegossen. Dann wurden noch 500 ml Wasser zugegeben, das ausfallende Produkt abgenutscht, zweimal mit kaltem Wasser gewaschen, an der Luft trockengesaugt und im Vakuumexsiccator getrocknet. 8,75 g gelboranges Produkt. Die restliche Mutterlauge wurde am Rotavapor konzentriert. Das hierbei ausfallende Produkt wurde abgesaugt, mit Wasser und Et₂O gewaschen und getrocknet. Zur weiteren Reinigung wurde das Rohprodukt mit Ether digeriert.

Insgesamt wurden 9,5 g (66% bezogen auf 2-Brom-4,5-dimethylfluorbenzol) der Dicarbonsäure erhalten, Schmp über 300°. Durch ¹H-NMR-Spektroskopie (DMSO) konnte gezeigt werden, daß ein Teil der Verbindung als Anhydrid vorlag.

¹H-NMR (DMSO):

δ(ppm) = 8,00 (1H, d, H-8, J_(H-F) = 9,5 Hz); 8,48 (1H, d, H-5, J_(H-F) = 6,9 Hz); 8,64 (2H, s, H-1 und H-4)