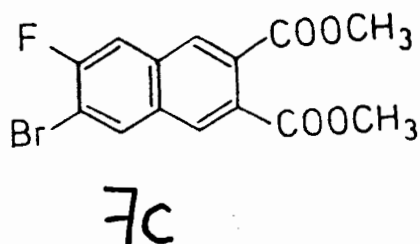


6-Brom-7-fluornaphthalin-2,3-dicarbonsäuredimethylester



0,1 g (0,32 mmol) 6-Brom-7-fluor-naphthalin-2,3-dicarbon-säure 3 (Rohprodukt) wurden zur Reinigung in 20 ml Methanol und 1,8 ml 2n-NaOH heiß gelöst. Nach Abkühlung fiel der größte Teil des Na-Salzes aus. Es wurde abgesaugt, in Wasser gelöst und mit 2n-HCl neutralisiert, wobei die Säure wieder ausfiel.

Die Säure wurde in 20 ml Wasser suspendiert und unter Eiskühlung portionsweise eine etherische Lösung von Diazomethan zugegeben. Die Reaktion war beendet, als die etherische Lösung leicht gelb gefärbt blieb. Danach wurde das Gemisch eine Stunde bei Raumtemperatur gerührt, 2n-HCl zugetropft, die Etherphase abgetrennt, diese mit 2n-HCl und Wasser gewaschen, über Na_2SO_4 getrocknet und zur Trockene eingedampft. Ausbeute 60 mg (55%) Diester 4. Das Rohprodukt wurde in CHCl_3 gelöst und durch Filtration über Kieselgel weiter gereinigt. Schmp. 148-152° (subl. bei 137-140°). DC: PE/EtOAc 2:1

$^1\text{H-NMR}$ ($\text{CDCl}_3/\text{DMSO}$):

$\delta(\text{ppm}) = 3,96$ (6H, s, 2 x $-\text{COOCH}_3$); 7,70 (1H, d, H-8, $J_{(\text{H-F})} = 8,9$ Hz); 8,28 (1H, d, H-5, $J_{(\text{H-F})} = 6$ Hz); 8,32 (2H, s, H-1 und H-4)

MS (m/e, Int.):

342, 340 (2,8%, 2,9%; M^+); 343, 341 (0,6%, $\text{M}^+ + 1$); 311, 309 (5,7%, 5,9%, $\text{M}^+ - \text{OCH}_3$); 281, 279 (1,1%, 0,6%, $\text{M}^+ - \text{COOCH}_3$); 252, 250 (0,7%, $\text{M}^+ - \text{COOCH}_3 - \text{OCH}_3$); 171 (100%, $\text{M}^+ - \text{Br} - \text{COOCH}_3 - \text{OCH}_3$)