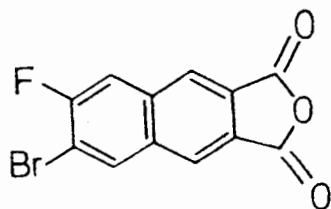


6-Brom-7-fluor-naphtho[2,3-c]furan-1,3-dion



8b

a) aus 6-Brom-7-fluor-naphthalin-2,3-dicarbonsäure (3):

26,35 g (84 mmol) 6-Brom-7-fluor-naphthalin-2,3-dicarbonsäure 3 wurden in 1,1 Liter abs. Acetanhydrid und 30 ml Eisessig gelöst und 3 Stunden unter Rückfluß gerührt. Danach wurde heiß filtriert. Nach Abkühlung kristallisierte 5 in Form grauer Nadeln aus. Absaugen, Waschen mit Petrolether und Trocknen im Vakuum erbrachte 17,3 g Produkt. Durch Eindampfen der Mutterlauge wurde noch weiteres Produkt gewonnen, welches in abs. CHCl_3 gelöst und mit Petrolether wieder gefällt wurde. Insgesamt konnten 18,5 g (75%) 5 erhalten werden. Schmp. $289-292^\circ$ (subl. gegen 200°). DC: EtOAc

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

$\delta(\text{ppm}) = 8,22$ (1H, d, H-8, $J_{(\text{H-F})} = 9,5 \text{ Hz}$); $8,64$ (2H, s, H-4 und H-9); $8,86$ (1H, d, H-5, $J_{(\text{H-F})} = 7,1 \text{ Hz}$)

IR (KBr):

$\nu_{\text{max}} (\text{cm}^{-1}) = 1775$ (sh, C=O); 1445; 1235; 1200; 920

$\text{C}_{12}\text{H}_4\text{BrFO}_3$ (295,06)

	C	H
ber.:	48,84	1,37
gef.:	48,57	1,48

b) aus 2-Brom-4,5-bis(dibrommethyl)-fluorbenzol (2):

Das aus 2,3 g (11,3 mMol) 2-Brom-4,5-dimethyl-fluorbenzol erhaltene tetrabromierte Rohprodukt 2 (5,7 g) wurde in 45 ml abs. DMF (über CaH destilliert) gelöst und 4,6 g (46,9 mMol) sublimiertes Maleinsäureanhydrid und 9 g getrocknetes NaJ zugegeben, worauf sich das Gemisch dunkel färbte. Danach wurde unter starkem Rühren und einem Druck von ca. 20 Torr auf 80-90°C erhitzt. Nach 3 Stunden wurde das Reaktionsgemisch abgekühlt, 30 ml abs. Et₂O zugegeben und 15 Minuten bei Raumtemperatur gerührt. Dabei fiel ein Großteil der anorganischen Salze aus, die abgesaugt wurden. Danach wurde der Et₂O aus dem Filtrat weitgehend abrotiert und das Gemisch in den Kühlschrank gestellt. Es fiel ein dunkelbraunes Rohprodukt aus, das abgesaugt und durch Waschen mit abs. CHCl₃/Et₂O gereinigt wurde. Gelbweißes Pulver, Schmp. 289-291°; DC: EtOAc. Die Mutterlauge wurde zur Trockene eingedampft und der Rückstand in abs. CHCl₃ aufgenommen. Durch Absaugen und Waschen des Niederschlages mit abs. Et₂O wurde noch weiteres Produkt erhalten. Insgesamt 2,67 g

Das Rohprodukt wurde in einem Gemisch aus 100 ml Ac₂O und 30 ml AcOH 4 Stunden zum Sieden erhitzt, danach filtriert und das Filtrat auf ca. 30 ml konzentriert. Das ausgefallene Produkt wurde abgesaugt und mit PE gewaschen. Ausbeute 1,98 g (59% bezogen auf 2-Brom-4,5-dimethylfluorbenzol).