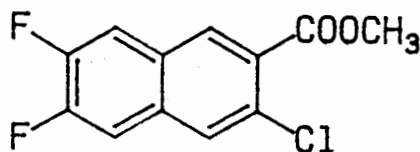


3-Chlor-6,7-difluor-naphthalin-2-carbonsäuremethylester (11a)



11a

3.1 g (13.07 mmol) Aminoester wurden bei  $-5^{\circ}\text{C}$  in 25 ml konz. HCl fein suspendiert, unter mechanischem Rühren eine kalte Lösung von 1.1 g (15.94 mmol)  $\text{NaNO}_2$  in 9 ml Wasser langsam zugetropft und zwei Stunden bei  $-10$  bis  $-5^{\circ}\text{C}$  gerührt. Danach wurde eine Lösung von frisch zubereitetem  $\text{Cu}^{\text{I}}\text{Cl}$  (hergestellt nach Lit.<sup>63</sup>) in 22 ml konz. HCl vorgelegt, auf  $0^{\circ}\text{C}$  gekühlt und unter heftigem Rühren die kalte

Diazoniumsalzlösung zugegeben. Das Reaktionsgemisch wurde 30 Minuten bei Raumtemperatur, sowie eine Stunde bei 40°C gerührt und anschließend gekühlt. Der erhaltene hellbraune Niederschlag wurde abgesaugt, mit 2N HCl und Wasser gewaschen und getrocknet: 3.14 g (93.6% d.Th.), Schmp. 167–169°C. Ein Teil der Substanz wurde für die Mikroanalyse aus MeOH umkristallisiert.

DC: Petrolether/CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 6:4

C<sub>12</sub>H<sub>7</sub>ClF<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (256.64)

|      | C     | H    |
|------|-------|------|
| ber. | 56.16 | 2.75 |
| gef. | 55.89 | 2.89 |

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, TMS, 90 Mhz)

δ 3.95 (s, 3H, OCH<sub>3</sub>)

7.39 (dd, J<sub>5,6</sub>=9.8 Hz, J<sub>5,7</sub>=7.9 Hz, 1H, 5-H oder 8-H)

7.49 (dd, J<sub>8,7</sub>=9.8 Hz, J<sub>8,6</sub>=7.9 Hz, 1H, 8-H oder 5-H)

7.73 (s, 1H, 4-H)

8.16 (s, 1H, 1-H)