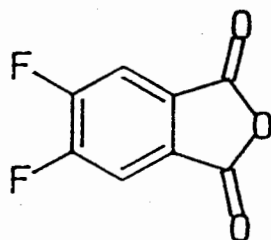


4,5-Difluor-phthalsäureanhydrid<sup>62</sup> (3)



[ 18959-30-3 ]

3

76 g (350.21 mmol) A7, 203 g (3.494 mol) wasserfreies Kaliumfluorid und 2 g (7.57 mmol) Kronenether (18crown6) wurden unter mechanischem Rühren in 300 ml abs. Acetonitril fein dispergiert. Anschließend wurde Acetonitril abdestilliert und der verbleibende Rückstand sechs Stunden bei 150°C Ölbadtemperatur in der Trockene gerührt. Kugelrohrdestillation des pulvrigen Reaktionsgemisches bei 104°C/0.006 mm und 112°C/0.009 mm erbrachte insgesamt 50.27 g (78% d.Th.) farblose, leicht zerfließende Kristalle vom Schmp. 93-98°C (Lit.<sup>13</sup> 96-98°C).

Anm.: p.a. Kaliumfluorid wurde vier Stunden bei 130°C im Ölpumpenvakuum getrocknet, noch heiß 20 Minuten in einer Kugelmühle gemahlen und unmittelbar vor der Verwendung erneut 30 Minuten bei 130°C im Vakuum getrocknet.

*Lit. Schmp.*

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

δ 7.78 (dd, J<sub>3,4</sub>=J<sub>3,5</sub>=J<sub>6,5</sub>=J<sub>6,4</sub>=6.9 Hz, 2H, 3-H und 6-H)

99-99.5°

<sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>) Zuordnung mit Hilfe gekoppelter Spektren

δ 115.1 (m, C-3 und C-6)

128.5 (t, J<sub>C,F</sub>=6.11 Hz, C-1 und C-2)

156.0 (dd, J<sub>C,F</sub>=265 Hz, J<sub>C,F</sub>=15 Hz, C-5, und C-4)

160.7 (s, C=O)

<sup>19</sup>F-NMR (CH<sub>3</sub>CN)

δ -66.15 (t, J<sub>C,F</sub>=7.3 Hz)