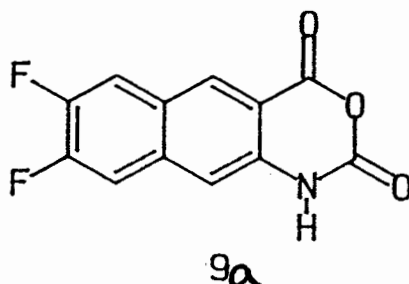


7,8-Difluor-2H-3,1-naphtho[2,3-d]oxazin-2,4-(1H)-dion (9a)



1 g (4.27 mmol) **28** wurden (in einem mit Gummiseptum verschlossenen 50 ml-Kolben) unter Argon in 30 ml abs. Dioxan bei 65°C fein dispergiert und in Abständen von zwei Stunden drei Mal je 0.2 ml TMSA mit einer Glasspritze zugegeben. Nach 20 Stunden wurde zur Vervollständigung der Reaktion erneut eine Portion von 0.15 ml TMSA (insgesamt 5.65 mmol) zugetropft und weitere fünf Stunden bei 65°C gerührt. Nach dem Abkühlen wurde die klare Lösung mit 20 ml abs. Methanol versetzt und drei Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Der erhaltene farblose Niederschlag, 0.89 g (83.7% d.Th.) mit Schmp. >300°C wurde abgesaugt, mit Petrolether gewaschen und getrocknet.

DC: $\text{CHCl}_3/\text{MeOH}/\text{NH}_3$ 55:44:1

¹H-NMR (DMSO, TMS, 90 MHz)

δ 7.30 (s, 1H, 10-H)

7.65 (dd, $J_{9,8}=12.7$ Hz, $J_{9,7}=8.1$ Hz, 1H, 9-H oder 6-H)

7.96 (dd, $J_{9,8}=12.7$ Hz, $J_{9,7}=8.1$ Hz, 1H, 6-H oder 9-H)

8.46 (s, 1H, 5-H)