(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.[6]
C07C 35/04

(11) 공개번호 특1993-0023320
(43) 공개일자 1993년12월18일

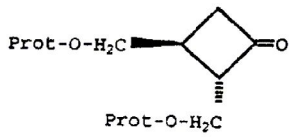
(21) 출원번호 특1993-0009044
(22) 출원일자 1993년05월25일
(30) 우선권주장 7/888,077 1992년05월26일 미국(US)
(71) 출원인 이이.아르.스퀴브 앤드 산즈, 인크. 도날드 제이. 바라크
미합중국 뉴저지주 프린스턴시 로오렌스빌-프린스턴 로드
(72) 발명자 쟈나크 싱
미합중국 뉴저지주 로오렌스빌 셜리 레인 에프 13
그레고리 에스. 비사치
미합중국 뉴저지주 로오렌스빌 테일러 코트 12133
리차드 에이취. 율러
미합중국 뉴저지주 링고스 린드버그 로드 66
(74) 대리인 김성택, 주성민

심사청구 : 없음

(54) 이보호된 2,3-히드록시메틸 시클로부탄올의 제조방법

요약

본 발명은 하기 일반식의 화합물을 촉매로서 루테늄 블랙 또는 알루미나 상의 루테늄 존재하의 디알킬알루미늄 클로라이드, 알킬알루미늄 디클롤라이드, 트리알킬알루미늄 화합물, 수소, 트리스(트리페닐포스핀)로듐(Ⅰ)클로라이드 존재하의 디페닐실란, 또는 인산 존재하의 사염화이리듐으로 처리하여 대응는 이보호된 시클로부단올을 제조하는 방법에 관한 것이다. 이 화합물을 항바이러스제의 제조시 중간체로서 유용하다.



명세서

[발명의 명칭]

이보호된 2, 3-히드록시메틸 시클로부탄올의 제조방법

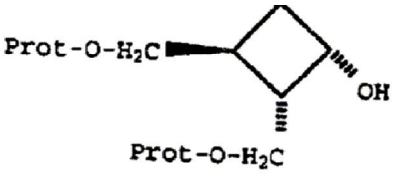
본 건은 요부공개 건이므로 전문 내용을 수록하지 않았음

(57) 청구의 범위

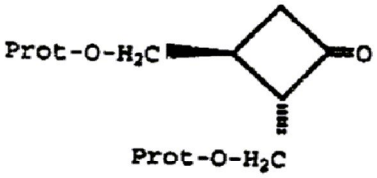
청구항 1

하기 일반식(Ⅱ)의 화합물을 촉매로서 루테늄 블랙 또는 알루미나 상의 루테늄 존재하의 디알킬 알루미늄 클로라이드, 알킬알루미늄 디클로라이드, 트리알킬 알루미늄 화합물(여기서, 각 알킬은 탄소 원자수 1내지 20의 직쇄 또는 분재쇄기임), 수소:트리스(트리페닐포스핀) 로듐(Ⅰ) 클로라이드 존재하의 디페닐실란:및 인산존재하의 사염화리듐으로 구성되는 군 중에서 선택된 환원제로 처리하는 것으로 이루어진

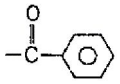
일반식(I)의 화합물의 제조 방법.



(I)



(II)

상기식 중, 히드록시 치환체는 인접하는 $-CH_2-O-Prot$는 치환체에 대하여 시스 위치이고, 두개의 $-CH_2-O-Prot$치환체는 서로 트랜스 위치이며, Pro는 가리워진 실릴기, 벤질, 치환된 벤질 또는 $-\overset{O}{\overset{\|}{C}}-R_1$ (여기서, R_1은 탄소원자수 1내지 6의 직쇄 또는 분지쇄의 저급 알킬 또는 페닐임)이고, 다만 환원제가 트리알킬알루미늄 화합물일 때 Pro는  일 수 없다.

청구항 2

제1항에 있어서, 환원제가 디알킬알루미늄 클로라이드(여기서 알킬은 탄소원자수 3 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄기임)이고, Prot가 t-부틸디메틸실릴, t-부틸디페닐실릴, (트리페닐메틸)디메틸실릴, 메틸디이소프로필실릴, 및 트리이소프로필실릴로 구성되는 군 중에서 선택된 가리워진 실릴이거나, 또는 Prot가 벤질, p-메톡시벤질, 또는 벤조일인 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 반응이 메틸렌 클로라이드 및 톨루엔으로 이루어진 군 중에서 선택된 비양자성 용매 존재하에 약-90℃ 내지 용매의 비점에서 수행되고, 환원제가 디이소부틸알루미늄 클로라이드이고, Pro가 벤조일인 방법.

청구항 4

제1항에 있어서 환원제가 알킬알루미늄 디클로라이드(여기서 알킬은 탄소원자수 3 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄기임)이고, Pro가 t-부틸디메틸실릴, t-부틸디페닐실릴, (트리페닐메틸)디메틸실릴, 메틸디이소프로필실릴, 및 트리이소프로필실릴로 이루어진 군중에서 선택된 가리워진 실릴이거나, 또는 Pro가 벤질, p-메톡시벤질, 또는 벤조일인 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 반응이 메틸렌 클로라이드 및 톨루엔으로 이루어진 군 중에서 선택된 비양자성 용매 존재하에 약 -90℃ 내지 용매의 비점에서 수행되고, 환원제가 이소부틸알루미늄 디콜로라이드인 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 환원제가 트리알킬알루미늄 화합물(여기서 알킬은 탄소 원자수 3내지 10의 직쇄 또는 분지쇄기임)이고 Prot가 t-부틸디메틸실릴, t-부틸디페닐실릴, (트리페닐메틸)디메틸실릴, 메틸디이소프로필실릴, 및 트리이소프로필실릴로 이루어진 군 중에서 선택된 가리워진 실릴이거나, 또는 Prot가 벤질, 또는 p-메톡시벤질인 방법.

청구항 7

제6항에 있어서 반응이 메틸렌 클로라이드 및 톨루엔으로 이루어진 군 중에서 선택된 비양자성 용매 존재하에 약 -90℃ 내지 용매의 비점에서 수행되고, 환원제가 트리이소부틸알루미늄인 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 환원제가 루테늄 블랙 존재하의 수소이고, Prot가 t-부틸디메틸실릴, t-부틸디페닐실릴, (트리페닐메틸)디메틸실릴, 메틸디이소프로필실릴, 및 트리에소프로필실릴 구성된 군중에서 선택되는 가리워진 실릴이거나 또는 Prot가 벤질, p-메톡시벤질, 또는 벤조일이고, 반응이 메탄올, 이소프로판올, 및 이들의 혼합물로 구성된 군중에서 선택된 용매 중에서, 약 -90℃내지 용매의 비점에서 수행되거나, 또는 환원제가 알루미나 상의 루테늄 존재하의 수소이고, Prot가 t-부틸디메틸실릴, t-부틸디페닐실릴, (트리페닐메틸)디메틸실릴, 메틸디이소프로필실릴, 및 트리이소프로필실릴로 이루어진 군 중에서 선택된 가리워진 실릴이거나, 또는 Prot가 벤조일이고, 반응이 메탄올 모처럼 에탄올로 이루어진 군중에서 선택된 용매 중에서 약 -90℃내지 용매의 비점에서 수행되는 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 환원제고 트리스(트리페닐포스핀)로듐(Ⅰ)클로라이드 존재하의 디페닐실란이고, Prot가 t-부틸디메틸실릴, t-부틸디페닐실릴, (트리페닐메틸)디메틸시릴, 메탈디이소프로필실릴, 및 트리이소프로필실릴로 이루어진 군 중에서 선택된 가리워진 실릴이거나, 또는 Prot가 벤질, p-메톡시벤질, 또는 벤조일이고, 반응이 벤젠, 톨루엔, 헥산, 및 시클로헥산으로 이루어진 군 중에서 선택된 용매 중에서, 약 0℃내지 용매의 비점에서 수행되거나 또는 반응이 용매 부재하에 약 0℃ 내지 약 130℃에서 수행되는 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 환원제가 존재하의 사염화이리듐이고, Prot가 t-부틸디메틸실릴, t-부틸디페닐실릴, (트리페닐메틸)디메틸실릴, 메틸디이소프로필실릴, 및 트리이소프로필실릴로 이루어진 군 중에서 선택된 가리워진 실릴이거나, 또는 Prot가 벤질, p-메톡시벤질, 또는 벤조일이고, 반응이 물, 메탄올, 프로판올, 이소프로판올, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군 중에서 선택된 용매 중에서, 약 50℃ 내지 약 100℃에서 수행되는 방법.

※ 참고사항 : 최초출원 내용에 의하여 공개하는 것임.