

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成17年8月11日(2005.8.11)

【公開番号】特開2003-231676(P2003-231676A)

【公開日】平成15年8月19日(2003.8.19)

【出願番号】特願2002-29218(P2002-29218)

【国際特許分類第7版】

C 0 7 D 207/333

A 0 1 N 43/36

A 2 3 L 1/03

A 2 3 L 3/3544

【F I】

C 0 7 D 207/333

A 0 1 N 43/36 A

A 2 3 L 1/03

A 2 3 L 3/3544 5 0 2

【手続補正書】

【提出日】平成17年1月24日(2005.1.24)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

以下実施例を挙げて本発明を詳しく説明する。

【実施例1】

(本発明化合物(I)の製造)

市販の粉末パブリカ1kgにn-ヘキサン5Lを添加して、常温で一晩攪拌しながら抽出した後固液分離して得られる固形分からヘキサンを除去した。この粉末に20%エタノールを5L添加して常温で一晩静置後固液分離して抽出液を得た。この抽出液を合成吸着剤HP2MG(三菱化成製)500mlを充填し20%エタノールで平衡化したカラムに流し、更に20%エタノール3Lを流して洗浄した。その後溶離液として60%エタノール2Lを流して回収し、40℃で減圧濃縮した。その1/100量を採取して減圧乾燥し、粗精製物1とした。残りに水100mlを添加して溶解し、酢酸エチルで3回抽出し、酢酸エチル層を採取した。酢酸エチル抽出液は無水硫酸ナトリウムを用いて脱水後、濃縮乾燥した(粗精製物2)。

このようにして得られた粗活性成分をシリカゲルを吸着剤としたカラムクロマトグラフィーで目的物質を含む画分を分画した。溶離液としてクロロフォルム-メタノールを用い25:1~10:1までの直線グラジエントを行った。この画分を濃縮後、STR ODS-II(信和化工株式会社製)を用いた高速液体クロマトグラフィー(20~50%メタノール)によって本発明化合物(I)を含む画分を分取し、濃縮乾固した(粗精製物3)。

更に、クロロフォルム-メタノール(93:7)を溶離液とするシリカゲルカラムクロマトグラフィーを行い、本発明化合物(I)20mgを得た。この化合物は、分子量、紫外吸収スペクトル、赤外吸収吸収スペクトル、NMR等の結果より、5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体であることが推定される。