

【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18年1月5日(2006.1.5)

【公表番号】特表2005-516030(P2005-516030A)

【公表日】平成17年6月2日(2005.6.2)

【年通号数】公開・登録公報2005-021

【出願番号】特願2003-558007(P2003-558007)

【国際特許分類】

C 07 D 417/02 (2006.01)

A 61 P 29/00 (2006.01)

A 61 P 43/00 (2006.01)

A 61 K 31/5415 (2006.01)

【F I】

C 07 D 417/02 C S P

A 61 P 29/00

A 61 P 43/00 1 1 1

A 61 K 31/5415

【手続補正書】

【提出日】平成16年10月26日(2004.10.26)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

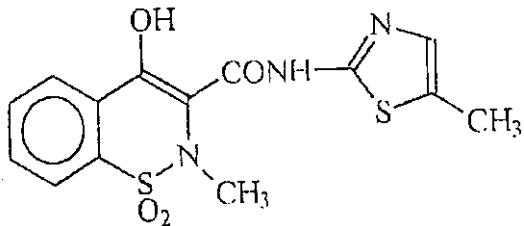
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

式A:

【化1】



により表される結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法であって、水とNaOHから成る混合物中にメロキシカムを溶解させ、その後、前記結晶性の形態Iのメロキシカムを析出させるために酸を添加することを含み、このプロセスの間中、65～還流温度の温度を保つことを特徴とする方法。

【請求項2】

水と、NaOHと、アルコール、キシレン、トルエン及びジメチルホルムアミド(DMF)から選ばれる有機溶剤とから成る混合物中にメロキシカムを溶解させ、前記プロセスの間に保たれる温度が50～還流温度であることを特徴とする請求項1記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項3】

以下の工程：

a) 65 ~ 還流温度の温度で、水とNaOHから成る混合物中にメロキシカムを溶解させる工程、

b) pHが3~5.5になるまで酸を添加する工程、次いで

c) 冷却して析出物を単離する工程、

を含む請求項1記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項4】

以下の工程：

a) 50 ~ 還流温度の温度で、水と、NaOHと、アルコール、キシレン、トルエン及びジメチルホルムアミド(DMF)から選ばれる有機溶剤とから成るから成る混合物中にメロキシカムを溶解させる工程、

b) pHが3~5.5になるまで酸を添加する工程、次いで

c) 冷却して析出物を単離する工程、

を含む請求項2記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項5】

前記プロセスの温度が65~80である請求項1~3のいずれか一項に記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項6】

前記プロセスの温度が50~80である請求項2~4のいずれか一項に記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項7】

使用される前記有機溶剤がキシレンであり、水/キシレン比が12.5:1(v/v)である、請求項2~4のいずれか一項に記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項8】

使用される前記有機溶剤がジメチルホルムアミドであり、水/ジメチルホルムアミド比が1:1~8:1(v/v)である、請求項2~4のいずれか一項に記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項9】

使用されるアルコールがエタノールであり、水/エタノール比が1:1~10:1(v/v)である、請求項2~4のいずれか一項に記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項10】

添加される前記酸が酢酸である請求項1~9のいずれか一項に記載の結晶性の形態Iのメロキシカムの製造方法。

【請求項11】

以下の赤外スペクトル値：IR(KBr)：3104, 2974, 2927, 2880, 2858, 1620, 1603, 1549, 1523, 1455, 1417, 1403, 1349, 1303, 1289, 1270, 1240, 1221, 1182, 1156, 1127, 1119, 1066, 1042, 939, 856, 842, 807, 779, 762, 731, 693, 644, 609, 574, 565, 531, 504, 454 cm⁻¹；及び

以下のラマンスペクトル値：20(v s), 31(s), 73(m), 100(s), 371(m), 407(s), 506(m), 646(m), 668(m), 1121(s), 1128(sh), 1155(s), 1161(s), 1267(s), 1310(v s), 1333(v s), 1347(v s), 1359(v s), 1438(s), 1476(s), 1538(v s), 1557(v s), 1595(v s), 1611(v s)；

を示すことを特徴とする結晶性の形態IIのメロキシカム。

【請求項 1 2】

以下の赤外スペクトル値：IR (KBr)： 3128, 2979, 2944, 29
 21, 1615, 1595, 1552, 1518, 1457, 1396, 1348, 13
 24, 1301, 1285, 1264, 1237, 1220, 1181, 1152, 11
 40, 1130, 1118, 1064, 1043, 992, 937, 860, 840, 8
 07, 781, 758, 730, 688, 641, 607, 573, 565, 533, 5
 23, 502, 454 cm⁻¹；及び

以下のラマンスペクトル値：27 (s), 37 (s), 48 (s), 63 (s), 97
 (m), 407 (s), 1119 (m), 1159 (m), 1261 (m), 1309 (s),
 1323 (vs), 1357 (s), 1540 (vs), 1595 (vs)；

を示すことを特徴とする結晶性の形態IIIのメロキシカム。

【請求項 1 3】

以下の赤外スペクトル値：IR (KBr)： 3110, 2942, 2919, 28
 79, 2858, 1623, 1600, 1549, 1522, 1458, 1402, 13
 51, 1323, 1301, 1277, 1267, 1221, 1183, 1153, 10
 66, 1042, 985, 964, 939, 846, 804, 783, 763, 731,
 697, 645, 609, 574, 566, 528, 503, 452 cm⁻¹；及び

以下のラマンスペクトル値：16 (vs), 31 (sh), 47 (sh), 408 (m)
 (m), 1119 (m), 1159 (m), 1261 (m), 1309 (s), 1323 (v
 s), 1357 (s), 1540 (vs), 1595 (vs)；

を示すことを特徴とする結晶性の形態Vのメロキシカム。

【請求項 1 4】

以下の工程：

- a) 45～50 で、水とNaOHの混合物中にメロキシカムを、30～35の水／メロキシカム比 (v (ml) / w (g)) で溶解させる工程、
- b) 工程a)の温度を保ったまま、pHが3～5.5になるまで酸を添加する工程、
- c) 懸濁液を工程a)の温度に30～90分間保つ工程、及び
- d) 冷却して析出物を単離する工程、

を行なうことを含む結晶性の形態IIのメロキシカムの製造方法。

【請求項 1 5】

添加される前記酸が酢酸である請求項14記載の結晶性の形態IIのメロキシカムの製造方法。

【請求項 1 6】

以下の工程：

- a) 45～50 で、水とNaOHとキシレンとの混合物中に、メロキシカムを、メロキシカム1g当たり15～20mlの水が存在し、かつ、キシレンの濃度がメロキシカムに対して5～10質量%となるような濃度で溶解させる工程、

b) 工程a)の温度を保ったまま、pHが3～5.5になるまで酸を30～90分間添加する工程、

c) 冷却して析出物を単離する工程、

を行なうことを含む結晶性の形態IIIのメロキシカムの製造方法。

【請求項 1 7】

添加される前記酸が酢酸である請求項16記載の結晶性の形態IIIのメロキシカムの製造方法。

【請求項 1 8】

以下の工程：

- a) 40～45 で、水とNaOHの混合物中に、メロキシカムを、30未満の水／メロキシカム (v (ml) / w (g)) 比で溶解させる工程、

b) 工程a)の温度を保ったまま、pHが3～5.5になるまで酸を30～90分間添加する工程、

c) 冷却して析出物を単離する工程、次いで

d) 前記析出物を、真空中 50 ~ 70 の温度で 1 ~ 24 時間乾燥させる工程、
を行なうことを含む結晶性の形態 V のメロキシカムの製造方法。

【請求項 19】

添加される前記酸が酢酸である請求項 18 記載の結晶性の形態 V のメロキシカムの製造方法。

【請求項 20】

以下の工程：

a) 水中の形態 II のメロキシカムの懸濁液を調製する工程、

b) 前記懸濁液を 50 ~ 還流温度の温度に加熱し、この温度で 1 ~ 12 時間攪拌する工程、次いで

c) 冷却して析出物を単離する工程、

を行なうことを含む結晶性の形態 II のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 21】

以下の工程：

a) 水中の形態 III のメロキシカムの懸濁液を調製する工程、

b) 前記懸濁液を 65 ~ 還流温度の温度に加熱し、この温度で 12 ~ 24 時間攪拌する工程、次いで

c) 冷却して析出物を単離する工程、

を行なうことを含む結晶性の形態 III のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 22】

以下の工程：

a) アルコール中の形態 III のメロキシカムの懸濁液を調製する工程、

b) 加熱して 1 ~ 12 時間還流させる工程、次いで

c) 冷却して析出物を単離する工程；

を行なうことを含む結晶性の形態 III のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 23】

使用される前記アルコールがメタノール、エタノール又はイソプロパノールである、請求項 22 に記載の結晶性の形態 III のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 24】

以下の工程：

a) 水中の形態 IV のメロキシカムの懸濁液を調製する工程、

b) 前記懸濁液を 50 ~ 還流温度の温度に加熱し、この温度で 1 ~ 24 時間攪拌する工程、次いで

c) 冷却して析出物を単離する工程、

を行なうことを含む結晶性の形態 IV のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 25】

以下の工程：

a) 水又は有機溶剤中の形態 V のメロキシカムの懸濁液を調製する工程、

b) 前記懸濁液を 50 ~ 還流温度の温度に加熱し、この温度で 1 ~ 12 時間還流させる工程、次いで

c) 析出物を単離する工程；

を行なうことを含む結晶性の形態 V のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 26】

前記有機溶剤がイソプロパノールである、請求項 25 に記載の結晶性の形態 V のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 27】

前記有機溶剤がトルエンである、請求項 25 に記載の結晶性の形態 V のメロキシカムを形態 I に転換する方法。

【請求項 28】

前記有機溶剤がテトラヒドロフラン(THF)である、請求項25に記載の結晶性の形態Vのメロキシカムを形態Iに転換する方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0031】

結晶性の形態Vのメロキシカムの製造方法は、以下の工程：

a) 40～45℃で、水とNaOHの混合物中に、メロキシカムを、30未満の水/メロキシカム(v(m1)/w(g))比で溶解させる工程、

b) 工程a)の温度を保ったまま、pHが3～5.5になるまで酸を30～90分間添加する工程、

c) 冷却して析出物を単離する工程、次いで

d) 析出物を、真空中50～70℃、好ましくは55～65℃の温度で1～24時間、好ましくは18～22時間乾燥させる工程、

を行なうことを含む。