

【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】令和3年8月5日(2021.8.5)

【公開番号】特開2020-189819(P2020-189819A)
 【公開日】令和2年11月26日(2020.11.26)
 【年通号数】公開・登録公報2020-048
 【出願番号】特願2019-97478(P2019-97478)
 【国際特許分類】

C 0 7 D 487/04 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 D 487/04 1 4 4

【手続補正書】

【提出日】令和3年6月25日(2021.6.25)

【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】

グアニン強塩基塩結晶を水に溶解して得たグアニン強塩基塩水溶液をpH13～7に調整した水溶液と混合する工程を有することを特徴とする、グアニン結晶の製造方法

【請求項2】

グアニン強塩基塩水溶液のpHが14以上であることを特徴とする、請求項1に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項3】

前記グアニン強塩基塩水溶液が、以下の1)、2)及び3)の工程によって得られることを特徴とする、請求項1又は2に記載のグアニン結晶の製造方法。

1)グアニン結晶粉末をpH14以上の強塩基溶液に溶解させてグアニン強塩基塩を生成する工程、

2)前記工程において得たグアニン強塩基塩を含有する溶液に、前記強塩基との共通陽イオンを添加することにより、グアニン強塩基塩結晶を析出、沈殿させて単離する工程、及び

3)前記工程で得たグアニン強塩基塩結晶を水に溶解してpHを14以上にする工程。

【請求項4】

グアニン強塩基塩結晶を水に溶解して得たグアニン強塩基塩水溶液をpH13～7に調整した水溶液と混合する工程において、混合溶液のpHを所定の値に調整することを特徴とする、請求項1～3のいずれか一項に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項5】

前記混合溶液のpHを一定値に維持することを特徴とする、請求項4に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項6】

前記混合溶液のpHを酸もしくはアルカリ又はそれらの塩類で調整することを特徴とする、請求項4又は5に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項7】

前記グアニン強塩基塩水溶液をpH13～7に調整した水溶液に滴下するか又は分割してpH13～7に調整した水溶液と混合することを特徴とする、請求項1～6のいずれか一項に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項 8】

前記 pH 13 ~ 7 に調整した水溶液が、緩衝剤を含有することを特徴とする、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項 9】

前記グアニン強塩基塩水溶液及び / 又は pH 13 ~ 7 に調整した水溶液に、無機塩類、有機塩類、蛋白質、糖類、アミノ酸、核酸塩基類、界面活性剤及び分散剤から選ばれる 1 種又は 2 種以上の水溶性物質を添加することを特徴とする、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項 10】

前記グアニン強塩基塩水溶液を pH 13 ~ 7 に調整した水溶液と混合する工程において、加温することを特徴とする、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項 11】

前記強塩基が、ナトリウムもしくはカリウムを含む化合物又は水酸化テトラアルキルアンモニウムであることを特徴とする、請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項 12】

- 1) グアニン結晶粉末を pH 14 以上の強塩基溶液に溶解させてグアニン強塩基塩を生成する工程、
- 2) 前記工程において得たグアニン強塩基塩を含有する溶液に、前記強塩基との共通陽イオンを添加することにより、グアニン強塩基塩結晶を析出、沈殿させて単離する工程、及び
- 3) 前記工程で得たグアニン強塩基塩結晶を水に溶解した水溶液と pH 13 ~ 7 に調整した水溶液を混合する工程を有することを特徴とする、グアニン結晶の製造方法。

【請求項 13】

前記強塩基との共通陽イオンとして添加する化合物が、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムもしくはこれらのいずれかの化合物の陽イオンを有する強酸塩又は水酸化テトラアルキルアンモニウムもしくは強酸のアンモニウム塩を含むことを特徴とする、請求項 3 ~ 12 に記載のグアニン結晶の製造方法。

【請求項 14】

請求項 1 ~ 13 のいずれか一項に記載の方法で製造されたグアニン結晶を含有する化粧品。

【請求項 15】

請求項 1 ~ 13 のいずれか一項に記載の方法で製造されたグアニン結晶を用いたバイオリフレクター。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

グアニンの水溶性強塩基塩を経由し、pH を制御して結晶を析出させることにより、サブ mm ~ サブ μ m オーダーの結晶を作製することができる。また、pH、温度の調整、各種添加剤により、結晶の形態、特性を制御することができるので、所望の結晶形の人工グアニン結晶を得ることが可能となった。

また、グアニン結晶化の際の溶液の濃度を高濃度に行うことができるため製造効率が良く、低 pH (13 ~ 7) でグアニン結晶を製造できることなどの優位点がある。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 0 1 5

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 1 5 】

添加剤としては、水溶性の材料であれば、特に制限がなく、無機塩類、有機塩類、水溶性蛋白質、糖類、アミノ酸、核酸塩基類、界面活性剤、分散剤等に属する水溶性の材料が挙げられる。また、魚の皮等のように、蛋白質、糖類、その他の水溶性有機物が皮等に付着している固体材料も使用可能である。

無機塩類、有機塩類、水溶性蛋白質、糖類、アミノ酸、核酸塩基類等は、グアニンの結晶形態を制御することができ、界面活性剤、分散剤等は生成するグアニン結晶の凝集を防ぐことができる。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 1 7

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 1 7 】

界面活性剤としては、アニオン、カチオン、両性、及びノニオンのいずれも使用することができる。

アニオン界面活性剤としては、モノアルキル硫酸塩、アルキルポリオキシエチレン硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、モノアルキルリン酸塩等が挙げられる。

カチオン界面活性剤としては、アルキルトリメチルアンモニウム塩、ジアルキルジメチルアンモニウム塩、アルキルベンジルジメチルアンモニウム塩等が挙げられる。

両性界面活性剤としては、アルキルジメチルアミンオキシド、アルキルカルボキシベタイン等が挙げられる。

ノニオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、脂肪酸ソルビタンエステル、アルキルポリグルコシド、脂肪酸ジエタノールアミド、アルキルモノグリセリルエーテル等が挙げられる。

分散剤としては、ポリアクリル酸とその塩、ポリメタクリル酸とその塩、ポリアクリル酸共重合体とその塩、ポリスチレンスルホン酸とその塩等のカルボン酸系分散剤；アルキルイミダゾリン系化合物などの複素環系分散剤；スルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、リグニンスルホン酸、これらの塩などのスルホン酸系分散剤；オルトケイ酸、メタケイ酸、フミン酸、タンニン酸、ドデシル硫酸等が挙げられる。

これらの添加剤は、グアニン強塩基塩を含有する水溶液中に、界面活性剤、分散剤等の場合は、0.01～10重量%となるように添加する。無機塩類、有機塩類、水溶性蛋白質、糖類、アミノ酸、核酸塩基類等の場合は0.01%～飽和濃度までの範囲で添加する。

。