

【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3月17日(2005.3.17)

【公開番号】特開2000-226399(P2000-226399A)

【公開日】平成12年8月15日(2000.8.15)

【出願番号】特願平11-285519

【国際特許分類第7版】

C 0 7 H 21/04

【F I】

C 0 7 H 21/04 A

【手続補正書】

【提出日】平成16年4月8日(2004.4.8)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

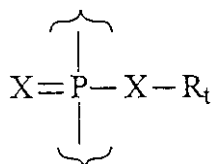
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ホスフェート連結オリゴマーを脱保護するための方法であって、前記オリゴマーが、複数の式：

【化1】



[式中、

各々のXは、O又はSであり；

R<sub>t</sub>は、式：

- C(R<sub>10</sub>)<sub>2</sub> - C(R<sub>10</sub>)<sub>2</sub> - W 又は

- C(R<sub>10</sub>)<sub>2</sub> - (CH=CH)<sub>p</sub> - C(R<sub>10</sub>)<sub>2</sub> - W

(式中、

各々のR<sub>10</sub>は、独立に、H又は低級アルキルであり；

Wは、電子吸引基であり；

pは1～3である。)

のリン保護基である。]

の保護されたリン連結を有する方法であり：

(a) 前記ホスフェート連結オリゴマーを複数含有する試料を提供すること；

(b) 前記オリゴマーを、実質的に全ての前記R<sub>t</sub>基を前記オリゴマーから除去するのに十分な時間及び条件下で脱保護試薬と接触させること、この際、前記脱保護試薬は少なくとも1種のアミンを含有し、前記アミンの共役酸は約8～約11のpKaを有し；前記脱保護試薬は、更に、アルキル溶媒、ハロアルキル溶媒、シアノアルキル溶媒、アリール溶媒及びアラルキル溶媒からなる群より選択される1種以上の溶媒を含んでいてもよい；及び

(c) 前記オリゴマーを切離し試薬と反応させることを含んでなる方法。

## 【請求項 2】

工程(c)の前に更に洗浄工程を含む、請求項1の方法。

## 【請求項 3】

オリゴマーが溶液中にある、請求項1の方法。

## 【請求項 4】

オリゴマーが固体支持体に連結している、請求項1の方法。

## 【請求項 5】

脱保護試薬がオリゴマーを固体支持体から切り離すことがない、請求項4の方法。

## 【請求項 6】

脱保護試薬が脂肪族アミンを含む、請求項5の方法。

## 【請求項 7】

脱保護試薬がハロアルキル溶媒又はシアノアルキル溶媒を含む、請求項6の方法。

## 【請求項 8】

脂肪族アミンがトリエチルアミン又はピペリジンであり、溶媒がアセトニトリル又は塩化メチレンである、請求項7の方法。

## 【請求項 9】

リン保護基が、 $-CH_2-CH_2-C \equiv N$ 又は $-CH_2-(CH=CH)_p-CH_2-C \equiv N$ であって、 $p$ が1~3の整数である、請求項1の方法。

## 【請求項 10】

リン保護基が $-CH_2-CH_2-C \equiv N$ である、請求項9の方法。

## 【請求項 11】

脱保護試薬が更にスカベンジャーを含む、請求項1の方法。

## 【請求項 12】

切離し試薬が更にスカベンジャーを含む、請求項1の方法。

## 【請求項 13】

スカベンジャーが、プリン、ピリミジン、イノシン、ピロール、イミダゾール、トリアゾール、メルカプタン、 $\beta$ -アミノチオール、ホスフィン、ホスファイト、ジエン、尿素、チオ尿素、アミド、イミド、環状イミド、ケトン、フリーのチオール基を有するポリマー、又はフリーのアミノ基を有するポリマーである、請求項11又は12の方法。

## 【請求項 14】

スカベンジャーが、アルキルメルカプタン、チオール4-メトキシトリチル樹脂、チオール2-クロロトリチル樹脂、エチレングリコール、置換エチレングリコール、1-ブタンチオール、 $S-(2-アミノ-4-チアゾリルメチル)$ イソチオ尿素塩酸塩、2-メルカプトエタノール、3,4-ジクロロベンジルアミン、ベンジルアミン、二硫化炭素の存在下におけるベンジルアミン、ヒドロキシルアミン、2-フェニルインドール、 $n$ -ブチルアミン、アセトアミノマロン酸のジエチルエステル、 $N$ -アセチル-2-シアノグリシンのエチルエステル、3-フェニル-4-( $o$ -フルオロフェニル)-2-ブタノン、3,4-ジフェニル-2-ブタノン、デオキシベンゾイン、 $N$ -メトキシフタルイミド、 $p$ -スルホベンゼンジアゾニウム・クロリド、 $p$ -スルファミドベンゼンジアゾニウム・クロリド、又は、ポリマーが結合したアミン樹脂であって、アミンが、ベンジルアミン、エチレンジアミン、ジエチルアミントリアミン、トリス(2-アミノエチル)アミン、メチルアミン、メチルグアニジン、ポリリジン、オリゴリジン、 $Agropore^{TM}NH_2HL$ 、又は $Agropore^{TM}NH_2LL$ から選択されるアミン樹脂である、請求項11又は12の方法。

## 【請求項 15】

切離し試薬がI族又はII族金属の炭酸塩の水性メタノール溶液を含む、請求項1の方法。

## 【請求項 16】

切離し試薬が $CaCO_3$ 水性メタノール溶液である、請求項15の方法。

## 【請求項 17】

切離し試薬が水酸化金属水溶液を含む、請求項1の方法。

## 【請求項 18】

切離し試薬が相間移動触媒を含む、請求項 1 の方法。

## 【請求項 19】

相間移動触媒が  $t\text{-Bu}_4\text{N}^+\text{OH}^-$  である、請求項 18 の方法。

## 【請求項 20】

相間移動触媒が  $t\text{-Bu}_4\text{N}^+\text{F}^-$  である、請求項 18 の方法。

## 【請求項 21】

切離し試薬が  $\text{NaNH}_2$  を含む、請求項 1 の方法。

## 【請求項 22】

オリゴマーが約 0.001% ~ 約 1% のアクリロニトリル付加物を有する、請求項 1 の方法。

## 【請求項 23】

オリゴマーが約 0.1% ~ 約 1% のアクリロニトリル付加物を有する、請求項 1 の方法。

## 【請求項 24】

オリゴマーが約 0.1% ~ 約 0.75% のアクリロニトリル付加物を有する、請求項 1 の方法。

## 【請求項 25】

オリゴマーが約 0.1% ~ 約 0.5% のアクリロニトリル付加物を有する、請求項 1 の方法。

## 【請求項 26】

オリゴマーが実質的にアクリロニトリル付加物を含まない、請求項 1 の方法。

## 【請求項 27】

工程 b) 及び c) が同時に行われる、請求項 1 の方法。

## 【請求項 28】

脂肪族アミンがトリエチルアミン又はピペリジンであり；溶媒がアセトニトリル又は塩化メチレンであり；そして、リン保護基が  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{C}=\text{N}$  である、請求項 1 の方法。

## 【請求項 29】

脱保護試薬が更にスカベンジャーを含む、請求項 28 の方法。

## 【請求項 30】

切離し試薬が更にスカベンジャーを含む、請求項 28 の方法。

## 【請求項 31】

保護試薬が二級アルキルアミンを含み、そして切離し試薬がアルカリ金属炭酸塩を含む、請求項 1 の方法。

## 【請求項 32】

アミンがピペリジンであり、そしてアルカリ金属炭酸塩が炭酸カリウムである、請求項 63 の方法。