

【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 2 年 8 月 6 日 (2020.8.6)

【公表番号】特表 2019-529546 (P2019-529546A)
 【公表日】令和 1 年 10 月 17 日 (2019.10.17)
 【年通号数】公開・登録公報 2019-042
 【出願番号】特願 2019-536464 (P2019-536464)
 【国際特許分類】

C 0 7 D 291/06 (2006.01)

A 2 3 L 27/10 (2016.01)

【F I】

C 0 7 D 291/06

A 2 3 L 27/10 Z

【手続補正書】
 【提出日】令和 2 年 6 月 23 日 (2020.6.23)
 【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】

精製アセスルファムカリウム組成物を製造する方法であって、

(a) 環化剤と、ハロゲン化脂肪族炭化水素、炭酸と低級脂肪族アルコールとのエステル、ニトロアルカン、アルキル置換ピリジン類、脂肪族スルホン、アセトン、酢酸、及びジメチルホルムアミドからなる群から選択される溶媒とを接触させて環化剤組成物を形成する工程；

(b) アセトアセタミド塩を前記環化剤組成物中の前記環化剤と反応させて環状三酸化イオウ付加体を形成する工程；及び

(c) 前記環状三酸化イオウ付加体から、非塩素化アセスルファムカリウム及び 35 w p p m 未満の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む前記精製アセスルファムカリウム組成物を形成する工程；

を含み；

工程 (a) の開始から工程 (b) の開始までの接触時間は 60 分未満である上記方法。

【請求項 2】

前記形成する工程が、

前記環状三酸化イオウ付加体を加水分解してアセスルファム - H を含むアセスルファム - H 組成物を形成すること；

前記アセスルファム - H 組成物中の前記アセスルファム - H を中和して、非塩素化アセスルファムカリウム及び 35 w p p m 未満の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む粗アセスルファムカリウム組成物を形成すること；及び

前記粗アセスルファムカリウム組成物から前記精製アセスルファムカリウム組成物を形成すること；

を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0.001 w p p m ~ 5 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記接触時間が 15 分未満であり、前記粗アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 5 wppm の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含み、前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 5 wppm の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 5】

前記接触時間が 5 分未満であり、前記粗アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 5 wppm の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含み、前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 2.7 wppm の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 6】

前記粗アセスルファムカリウム組成物が 35 wppm 未満の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 7】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が、前記粗アセスルファムカリウム組成物中に存在する前記 5 - クロロ - アセスルファムカリウムの少なくとも 90 重量%を含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 8】

前記加水分解が、前記環状三酸化イオウ付加体に水を加えて加水分解反応混合物を形成することを含み、前記加水分解反応混合物の温度を -35 ~ 0 の範囲の温度に維持する、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 9】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 5 wppm の有機不純物を含む、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

スルファミン酸とアミンを反応させてアミドスルファミン酸塩を形成すること；及び前記アミドスルファミン酸塩とアセトアセチル化剤を反応させて前記アセトアセタミド塩を形成すること；
を更に含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 2.7 wppm の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 5 wppm の有機不純物を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0.001 wppm ~ 5 wppm の重金属を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

前記環化剤組成物が、クロロメチルクロロスルフェート、メチル - ビス - クロロスルフェート、及びこれらの混合物から選択される 1 重量%未満の化合物を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 15】

前記反応を、35 分未満の、反応物質の供給の開始から反応物質の供給の終了までの環化反応時間の間行う、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 16】

前記環化剤組成物中の溶媒と環化剤との重量比が少なくとも 1 : 1 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 17】

前記環化剤組成物を 15 未満の温度に冷却することを更に含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 18】

前記環化剤が三酸化イオウを含み、前記溶媒がジクロロメタンを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 19】

前記接触時間が 1 秒～10 分であり、前記粗アセスルファムカリウム組成物が 1 w p p b ～ 3 5 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含み、前記精製アセスルファムカリウム組成物が 1 w p p b ～ 3 5 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 20】

前記接触時間が 1 秒～10 分であり、前記粗アセスルファムカリウム組成物が 1 w p p b ～ 5 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含み、前記精製アセスルファムカリウム組成物が 1 w p p b ～ 5 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 21】

前記接触時間が 1 秒～30 分であり、前記粗アセスルファムカリウム組成物が 10 w p p b ～ 10 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含み、前記精製アセスルファムカリウム組成物が 10 w p p b ～ 10 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 22】

前記環化剤組成物を - 20 ～ 15 の温度に冷却することを更に含み、前記冷却工程が前記環化剤組成物の温度を少なくとも 10 低下させる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 23】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が、前記粗アセスルファムカリウム組成物中に存在する前記 5 - クロロ - アセスルファムカリウムの少なくとも 90 重量%を含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 24】

前記加水分解工程が、前記環状三酸化イオウ付加体に水を加えることを含み、前記加水分解工程中の、水とアセトアセタミド塩との重量比が 1 . 3 : 1 より高い、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 25】

前記加水分解工程中の、水とアセトアセタミド塩との重量比が 1 . 7 : 1 より高く、前記精製アセスルファムカリウム組成物が 10 w p p m 未満のアセトアセタミド - N - スルホン酸及び 10 w p p m 未満のアセトアセタミドを含む、請求項 24 に記載の方法。

【請求項 26】

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 1 w p p b ～ 5 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、請求項 23 に記載の方法。

【請求項 27】

前記方法は、1 時間あたり少なくとも 100 グラムの精製アセスルファムカリウム組成物を生産する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 28】

前記反応を、35 分未満の、反応物質の供給の開始から反応物質の供給の終了までの環化反応時間の間行う、請求項 26 に記載の方法。

【請求項 29】

前記粗アセスルファムカリウム組成物から前記精製アセスルファムカリウム組成物を形成することが、

前記粗アセスルファムカリウム組成物を濃縮して、少なくとも 10 重量%のアセスルファムカリウムを含む中間アセスルファムカリウム組成物を形成すること；及び

前記中間アセスルファムカリウム組成物を分離して、少なくとも 15 重量%のアセスルファムカリウムを含む精製アセスルファムカリウム組成物を形成すること；を含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 30】

前記中間アセスルファムカリウム組成物が、10 w p p b ~ 25 w p p mの量で、アセトアセタミド - N - スルホン酸及びアセトアセタミドを含む、請求項 29 に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0152

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0152】

[0152]本発明を詳細に記載したが、発明の精神及び範囲内の修正は当業者に容易に明らかになるであろう。上記の議論、当該技術における関連する知識、並びに背景及び詳細な説明に関連して上記で議論した参照文献（これらの開示事項は全て参照として本明細書中に包含する）を考慮すると。更に、上記及び／又は添付の特許請求の範囲において示されている本発明の複数の形態並びに種々の態様及び種々の特徴の複数の部分を、完全か又は部分的に結合又は交換することができることを理解すべきである。当業者に認められるように、種々の態様の上記の記載においては他の態様を示すこれらの態様を他の態様と適当に組み合わせることができる。更に、当業者であれば、上記の記載は例示のみの目的であり、本発明を限定することは意図しないことを認識するであろう。

本発明の具体的態様は以下のとおりである。

[1]

精製アセスルファムカリウム組成物を製造する方法であって、

（a）溶媒と環化剤を接触させて環化剤組成物を形成する工程；

（b）アセトアセタミド塩を前記環化剤組成物中の前記環化剤と反応させて環状三酸化イオウ付加体を形成する工程；及び

（c）前記環状三酸化イオウ付加体から、非塩素化アセスルファムカリウム及び35 w p p m未満の5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む前記精製アセスルファムカリウム組成物を形成する工程；

を含み；

工程（a）の開始から工程（b）の開始までの接触時間は60分未満である上記方法。

[2]

前記形成する工程が、

前記環状三酸化イオウ付加体を加水分解してアセスルファム - Hを含むアセスルファム - H組成物を形成すること；

前記アセスルファム - H組成物中の前記アセスルファム - Hを中和して、非塩素化アセスルファムカリウム及び35 w p p m未満の5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む粗アセスルファムカリウム組成物を形成すること；及び

前記粗アセスルファムカリウム組成物から前記精製アセスルファムカリウム組成物を形成すること；

を含む、[1]に記載の方法。

[3]

前記精製アセスルファムカリウム組成物が0.001 w p p m ~ 5 w p p mの5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、[2]に記載の方法。

[4]

前記接触時間が15分未満であり、前記粗アセスルファムカリウム組成物が0.001 w p p m ~ 5 w p p mの5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含み、前記精製アセスルファムカリウム組成物が0.001 w p p m ~ 5 w p p mの5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、[2]に記載の方法。

[5]

前記接触時間が5分未満であり、前記粗アセスルファムカリウム組成物が0.001 w p p m ~ 5 w p p mの5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含み、前記精製アセスル

ァムカリウム組成物が 0 . 0 0 1 w p p m ~ 2 . 7 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、[2] に記載の方法。

[6]

前記粗アセスルファムカリウム組成物が 3 5 w p p m 未満の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、[2] に記載の方法。

[7]

前記精製アセスルファムカリウム組成物が、前記粗アセスルファムカリウム組成物中に存在する 5 - クロロ - アセスルファムカリウムの少なくとも 9 0 重量 % を含む、[5] に記載の方法。

[8]

前記加水分解が、前記環状三酸化イオウ付加体に水を加えて加水分解反応混合物を形成することを含み、前記加水分解反応混合物の温度を - 3 5 ~ 0 の範囲の温度に維持する、[2] に記載の方法。

[9]

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0 . 0 0 1 w p p m ~ 5 w p p m の有機不純物を含む、[8] に記載の方法。

[1 0]

スルファミン酸とアミンを反応させてアミドスルファミン酸塩を形成すること；及び前記アミドスルファミン酸塩とアセトアセチル化剤を反応させてアセトアセタミド塩を形成すること；
を更に含む、[1] に記載の方法。

[1 1]

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0 . 0 0 1 w p p m ~ 2 . 7 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む、[1] に記載の方法。

[1 2]

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0 . 0 0 1 w p p m ~ 5 w p p m の有機不純物を含む、[1] に記載の方法。

[1 3]

前記精製アセスルファムカリウム組成物が 0 . 0 0 1 w p p m ~ 5 w p p m の重金属を含む、[1] に記載の方法。

[1 4]

前記環化剤組成物が、クロロメチルクロロスルフェート、メチル - ビス - クロロスルフェート、及びこれらの混合物から選択される 1 重量 % 未満の化合物を含む、[1] に記載の方法。

[1 5]

前記反応を、3 5 分未満の、反応物質の供給の開始から反応物質の供給の終了までの環化反応時間の間行う、[1] に記載の方法。

[1 6]

前記環化剤組成物中の溶媒と環化剤との重量比が少なくとも 1 : 1 である、[1] に記載の方法。

[1 7]

前記環化剤組成物を 1 5 未満の温度に冷却することを更に含む、[1] に記載の方法。

[1 8]

前記環化剤が三酸化イオウを含み、前記溶媒がジクロロメタンを含む、[1] に記載の方法。

[1 9]

[1] に記載の方法から製造される精製アセスルファムカリウム組成物。

[2 0]

非塩素化アセスルファムカリウム；
0 . 0 0 1 w p p m ~ 2 . 7 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウム；及び

0.001 w p p m ~ 5 w p p m の重金属；
を含む、[1 9] に記載の精製アセスルファムカリウム組成物。

[2 1]

精製アセスルファムカリウム組成物を製造する方法であって、
スルファミン酸とトリエチルアミンを反応させてアミドスルファミン酸塩を形成する工
程；

前記アミドスルファミン酸塩とジケテンを反応させてアセトアセタミド塩を形成する工
程；

ジクロロメタンと三酸化イオウを反応させて環化剤組成物を形成する工程；

前記アセトアセタミド塩を前記環化剤組成物中の前記三酸化イオウと反応させて環状三
酸化イオウ付加体を形成する工程；

前記環状三酸化イオウ付加体を加水分解してアセスルファム - H 組成物を形成する工程
；及び

前記アセスルファム - H 組成物中のアセスルファム - H を中和して、非塩素化アセスル
ファムカリウム及び 3 5 w p p m 未満の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む粗ア
セスルファムカリウム組成物を形成する工程；及び

粗アセスルファムカリウム組成物から、非塩素化アセスルファムカリウム及び 1 0 w p
p m 未満の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含む精製アセスルファムカリウム組成
物を形成する工程；

を含み、

工程 (a) の開始から工程 (b) の開始までの接触時間は 1 0 分未満である上記方法。

[2 2]

前記環化剤組成物を 1 5 未満の温度に冷却することを更に含む、[2 1] に記載の方法
。

[2 3]

非塩素化アセスルファムカリウム、及び 3 5 w p p m 未満、好ましくは 0 . 0 0 1 w p
p m ~ 2 . 7 w p p m の 5 - クロロ - アセスルファムカリウムを含むアセスルファムカリ
ウム組成物。

[2 4]

3 7 w p p m 未満、好ましくは 1 w p p b ~ 5 w p p m のアセトアセタミド - N - スル
ホン酸を更に含む、[2 3] に記載のアセスルファムカリウム組成物。

[2 5]

0 . 0 0 1 w p p m ~ 5 w p p m の有機不純物、及び / 又は 0 . 0 0 1 w p p m ~ 5 w
p p m の少なくとも 1 種類の重金属を更に含む、[2 3] に記載のアセスルファムカリウム
組成物。

[2 6]

前記少なくとも 1 種類の重金属が、水銀、鉛、及びこれらの混合物からなる群から選択
される、[2 5] に記載のアセスルファムカリウム組成物。

[2 7]

前記水銀が 1 w p p b ~ 2 0 w p p m の量で存在する、[2 6] に記載のアセスルファム
カリウム組成物。

[2 8]

前記鉛が 1 w p p b ~ 2 5 w p p m の量で存在する、[2 6] に記載のアセスルファムカ
リウム組成物。