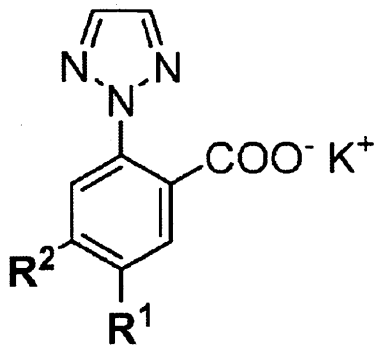
【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第３部門第２区分
【発行日】令和3年5月27日(2021.5.27)

【公表番号】特表2020-518573(P2020-518573A)
【公表日】令和2年6月25日(2020.6.25)
【年通号数】公開・登録公報2020-025
【出願番号】特願2019-559016(P2019-559016)
【国際特許分類】
Ｃ０７Ｄ 249/06　　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ０７Ｄ　249/06　　５０１

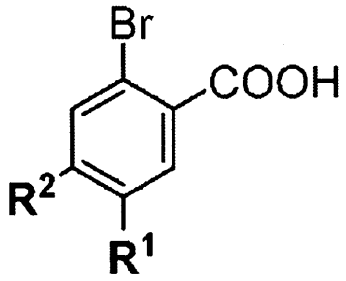
【手続補正書】
【提出日】令和3年4月19日(2021.4.19)
【手続補正１】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
式（I_K）の２－（２Ｈ－［１，２，３］トリアゾール－２－イル）－安息香酸誘導体の結晶性カリウム塩の合成方法であって：
【化１】



式（Ｉκ）

（式中、
－　R^1はメトキシを表し、かつ、R^2は水素を表すか；又は、
－　R^1は水素を表し、かつ、R^2はメチルを表す。）；
式（ＩＩ）の化合物：

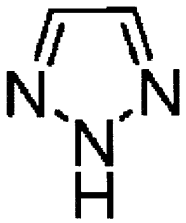
【化２】



式（ＩＩ）

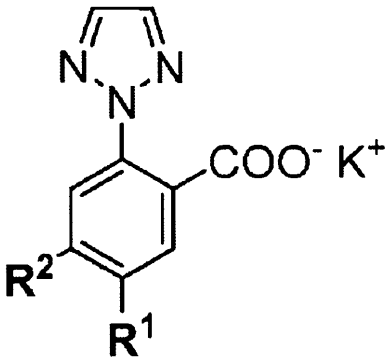
と［１，２，３］トリアゾール：

【化３】



をカップリングする工程を有し；
当該工程は、
－　ヨウ化銅（Ｉ）（ＣｕＩ）；
－　無機カリウム塩基；及び
－　溶媒又は溶媒混合物であって、
－－　水混和性エーテル溶媒；若しくは、
－－　極性非プロトン性溶媒；
又はこれらの任意の混合物；
である溶媒又は溶媒混合物；
の存在下で行われ；
　当該溶媒又は溶媒混合物は、式（ＩＩ）の化合物に対して約５～１００ｖｏｌの量で存在し；
式（ＩＩ）の化合物と［１，２，３］トリアゾールの当該カップリングは、約６０℃より高い温度にて行われ；
当該式（$Ｉ_{K}$）の結晶性化合物は固液分離により反応混合物から単離される；
方法。
【請求項２】
ヨウ化銅（Ｉ）の存在下で行われ；ヨウ化銅（Ｉ）が、式（ＩＩ）の化合物に対して約０．０１ｅｑ．～０．５ｅｑ．の量で存在する、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
当該無機カリウム塩基が$Ｋ_{2}ＣＯ_{3}$であり；$Ｋ_{2}ＣＯ_{3}$が、式（ＩＩ）の化合物に対して約１ｅｑ．～１０ｅｑ．の量で存在する、請求項１又は２に記載の方法。
【請求項４】
１Ｈ－１，２，３－トリアゾールが、式（ＩＩ）の化合物に対して約１ｅｑ．～１０ｅｑ．の量で存在する、請求項１～３のいずれか１項に記載の方法。
【請求項５】

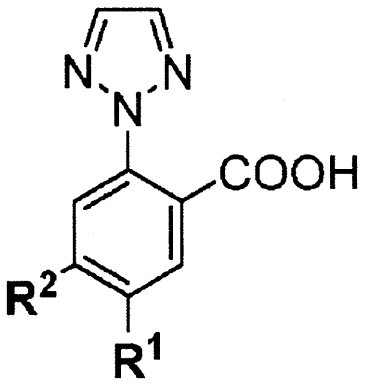
－　式（ＩＩ）の化合物に対して約５～１００ｖｏｌの量で存在する、水混和性エーテル溶媒である溶媒；及び
－　式（ＩＩ）の化合物に対して約０．０５～２ｖｏｌの量の水；
の存在下で行われ；
水に対する水混和性エーテル溶媒の比率が、約１０：１（ｖ／ｖ）より大きい；
、請求項１～４のいずれか１項に記載の方法。
【請求項６】
反応混合物からの固液分離による式（Ｉ$_K$）の結晶性化合物の単離の前に、反応混合物中の水の量を減少させ；続いて、さらなる水混和性エーテル溶媒を反応混合物に添加する；請求項５に記載の方法。
【請求項７】
反応混合物からの固液分離による式（Ｉ$_K$）の結晶性化合物の単離の前に、当該反応混合物を約５０℃未満の温度に冷却し；上記反応混合物の当該冷却を、約２時間又はそれより短い時間内に行う、請求項１～５のいずれか１項に記載の方法。
【請求項８】
当該単離した式（Ｉ$_K$）の結晶性化合物：
【化４】



式（Ｉκ）

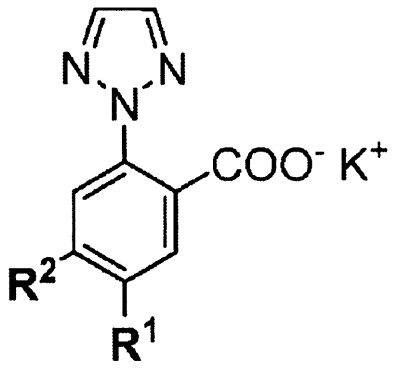
（式中、
－　Ｒ^{1}はメトキシを表し、かつ、Ｒ^{2}は水素を表すか；又は、
－　Ｒ^{1}は水素を表し、かつ、Ｒ^{2}はメチルを表す。）；
を、式（Ｉ）のそれぞれの結晶性２－（２Ｈ－［１，２，３］トリアゾール－２－イル）－安息香酸誘導体：

【化５】



式（Ｉ）

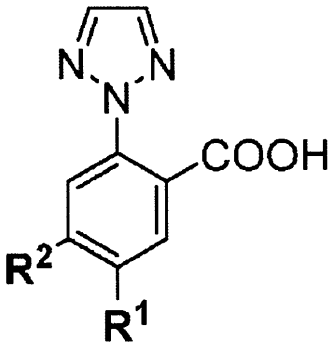
にさらに変換し；
酸性水性媒体からの結晶化工程を有する；
請求項１～７のいずれか１項に記載の方法。
【請求項９】
酸性水性媒体からの当該結晶化工程を約３０℃～６０℃の温度で行い；当該式（Ｉ）の結晶性化合物を固液分離により単離し；当該固液分離を、約１０℃～５０℃の温度で行う；請求項８に記載の方法。
【請求項１０】
酸性水性媒体からの前記結晶化工程において、当該酸性水溶液が約４未満のｐＨを有する；請求項９に記載の方法。
【請求項１１】
式（$Ｉ_{K}$）の化合物の結晶形であって；
【化６】



式（Ｉκ）

－　$Ｒ^{1}$はメトキシを表し、かつ、$Ｒ^{2}$は水素を表し；
ａ）　粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：６．７°、７．４°、１５．４°、２３．３°、２７．０°におけるピークの存在；若しくは、
ｂ）　粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：１０．８°、１５．１°、２５．０°、２５．９°、２７．１°におけるピークの存在；
により特徴づけられるか；又は、
－　$Ｒ^{1}$は水素を表し、かつ、$Ｒ^{2}$はメチルを表し；

粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：５．４°、１０．７°、１６．１°、２１．６°、２７．０°におけるピークの存在；
により特徴づけられ；
当該粉末Ｘ線回折ダイアグラムが、Ｋα２を除去することなく、結合Ｃｕ　Ｋα１及びＫα２照射を用いて得られ；上記２θ値の精度が２θ＋／－０．２°の範囲内である；
式（Ｉ$_K$）の化合物の結晶形。
【請求項１２】
式（Ｉ）の化合物の結晶形であって；
【化７】



式（Ｉ）

－　Ｒ^{1}はメトキシを表し、かつ、Ｒ^{2}は水素を表し；
ａ）　粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：５．７°、１１．５°、１７．２°、２１．３°、２５．０°におけるピークの存在により特徴づけられ；若しくは、
ｂ）　粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：１１．４°、１２．３°、１５．５°、２１．３°、２３．６°におけるピークの存在により特徴づけられるか；
又は、
－　Ｒ^{1}は水素を表し、かつ、Ｒ^{2}はメチルを表し；
粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：６．２°、１２．５°、１５．１°、１８．８°、２５．２°におけるピークの存在により特徴づけられ；
当該粉末Ｘ線回折ダイアグラムが、Ｋα２を除去することなく、結合Ｃｕ　Ｋα１及びＫα２照射を用いて得られ；上記２θ値の精度が２θ＋／－０．２°の範囲内である；
式（Ｉ）の化合物の結晶形。
【請求項１３】
Ｒ^{1}がメトキシを表し、かつ、Ｒ^{2}が水素を表し；粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：５．７°、１１．５°、１６．０°、１７．２°、１８．９°、１９．７°、２１．３°、２３．７°、２５．０°、２７．９°におけるピークの存在により特徴づけられ；当該粉末Ｘ線回折ダイアグラムが、Ｋα２を除去することなく、結合Ｃｕ　Ｋα１及びＫα２照射を用いて得られ；上記２θ値の精度が２θ＋／－０．２°の範囲内である；請求項１２に記載の式（Ｉ）の化合物の結晶形。
【請求項１４】
示差走査熱量測定により測定される約８０℃の融点を有する；請求項１３に記載の式（Ｉ）の化合物の結晶形。
【請求項１５】
Ｒ^{1}が水素を表し、かつ、Ｒ^{2}がメチルを表し；粉末Ｘ線回折ダイアグラムにおける以下の屈折角２θ：６．２°、１１．３°、１２．５°、１３．３°、１５．１°、１７．０°、１７．８°、１８．８°、２２．６°、２５．２°におけるピークの存在により特徴

づけられ；当該粉末Ｘ線回折ダイアグラムが、Ｋα２を除去することなく、結合Ｃｕ　Ｋα１及びＫα２照射を用いて得られ；上記２θ値の精度が２θ＋／－０．２°の範囲内である；請求項１２に記載の式（Ｉ）の化合物の結晶形。

【請求項１６】

示差走査熱量測定により測定される約１２５℃の融点を有する；請求項１５に記載の式（Ｉ）の化合物の結晶形。