

【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2月10日(2005.2.10)

【公表番号】特表2001-510465(P2001-510465A)
【公表日】平成13年7月31日(2001.7.31)
【出願番号】特願平10-527767
【国際特許分類第7版】
C 0 7 D 487/22
【FI】
C 0 7 D 487/22

【手続補正書】
【提出日】平成16年4月27日(2004.4.27)
【手続補正1】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】補正の内容のとおり
【補正方法】変更
【補正の内容】

手 続 補 正 書



平成16年 4月27日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

平成10年 特許願 第527767号

2. 補正をする者

方 式 査 査



名 称 アライアント・テクシステムズ・インコーポレーテッド

3. 代 理 人

住 所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 新大手町ビル 206区
ユアサハラ法律特許事務所

電 話 3270-6641~6

氏 名 (8970) 弁理士 社 本 一 夫



住 所 同 所

担当者氏名 (9400) 弁理士 沖 本 一 暁



4. 補正対象書類名

請求の範囲

5. 補正対象項目名

請求の範囲

6. 補正の内容

別紙の通り



(別紙)

請求の範囲

1. 次の：

(a) ある一定量のCL - 20 (2, 4, 6, 8, 10, 12 - ヘキサニトロ - 2, 4, 6, 8, 10, 12 - ヘキサアザテトラシクロ [5. 5. 0. 0^{5. 9} 0^{3. 11}] - ドデカン) を溶解して含有する湿潤CL - 20 溶媒溶液を乾燥してCL - 20 を含んでいる乾燥溶媒溶液を調製し、ここで該CL - 20 溶媒中のCL - 20 の溶解度は20 重量／容量 (g/mL) %より大であり；

(b) 該乾燥溶媒溶液に低密度CL - 20 非溶媒を加えてε - 多形体CL - 20 結晶の沈殿を誘起させ、ここで該非溶媒中のCL - 20 の溶解度は1 重量／容量 (g/mL) %未満であり；

(c) 沈殿した該ε - 多形体CL - 20 結晶を、該ε - 多形体CL - 20 結晶の表面から該非溶媒および該溶媒を置換するのに十分な量の密度の大きい極性溶媒を加えることによって、該非溶媒および該溶媒から分離する；

工程を含んでなる、ε - 多形体CL - 20 の結晶化法。

2. 密度の大きい溶媒が水である、請求の範囲第1項に規定されるε - 多形体CL - 20 の結晶化法。

3. ある一定量のCL - 20 を溶解して含有するCL - 20 溶媒溶液に塩基を添加して酸性種を中和する工程をさらに含んでいる、請求の範囲第1項に規定されるε - 多形体CL - 20 の結晶化法。

4. 次の：

(a) ある一定量のCL - 20 (2, 4, 6, 8, 10, 12 - ヘキサニトロ - 2, 4, 6, 8, 10, 12 - ヘキサアザテトラシクロ [5. 5. 0. 0^{5. 9} 0^{3. 11}] - ドデカン) をCL - 20 溶媒と水を含んでいる溶液に溶解して水相と湿潤CL - 20 溶媒相を生成させ、ここで該CL - 20 は該湿潤CL - 20 溶媒相に溶解しており、該CL - 20 溶媒中のCL - 20 の溶解度は20 重量／容量 (g/mL) %より大であり；

(b) 該湿潤CL - 20 溶媒相を乾燥し、それによって該CL - 20 を含む乾燥CL - 20 溶媒相を形成し；

(c) 該CL - 20溶媒相に塩基を添加して酸性種を中和し；

(d) 該乾燥CL - 20溶媒相に低密度CL - 20非溶媒を添加して ϵ - 多形体CL - 20結晶の結晶化を誘起させ、ここで該非溶媒中のCL - 20の溶解度は1重量／容量 (g/mL) %未満であり；

(e) 該 ϵ - 多形体CL - 20を、該 ϵ - 多形体CL - 20が湿った状態になるように、該 ϵ - 多形体CL - 20の結晶の表面から該非溶媒および該CL - 20溶媒を置換するのに十分な量の水を加えることによって、該非溶媒および該CL - 20溶媒から分離し；そして

(f) 該湿潤 ϵ - 多形体CL - 20を採集する；

工程を含んでなる、 ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

5. 乾燥工程が溶媒／水 - 共沸混合物の除去により行われる、請求の範囲第1項又は第4項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

6. CL - 20非溶媒が塩素を含んでいない、請求の範囲第1項又は第4項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

7. 湿潤CL - 20の形成後に非溶媒、溶媒および過剰の水を分離し、そして再循環する工程をさらに含んでいる、請求の範囲第4項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

8. 乾燥CL - 20溶媒相が1.5重量%未満の水を含んでいる、請求の範囲第1項又は第4項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

9. ϵ - 多形体CL - 20の結晶化を促進するために、 ϵ - 多形体CL - 20のシード結晶を溶媒／非溶媒混合物に添加する、請求の範囲第4項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

10. 次の：

湿潤したCL - 20 (2, 4, 6, 8, 10, 12 - ヘキサニトロ - 2, 4, 6, 8, 10, 12 - ヘキサアザテトラシクロ [5.5.0.0^{5.9}0^{3.11}] - ドデカン) 溶媒／CL - 20の溶液を溶液乾燥器に送り、ここで該溶媒中のCL - 20の溶解度は20重量／容量 (g/mL) %より大であり；

該湿潤CL - 20溶媒／CL - 20 - 溶液を、該CL - 20溶媒／CL - 20 - 湿潤溶液からCL - 20溶媒／水 - 共沸混合物を除去することによって乾燥し、

それによって乾燥CL - 20溶媒／CL - 20 - 溶液を調製し；

該CL - 20溶媒／CL - 20 - 溶液に塩基を添加して酸性種を中和し；

該CL - 20溶媒／CL - 20 - 乾燥溶液を晶析容器に送り；

該晶析容器に低密度CL - 20非溶媒を導入し、ここで該低密度CL - 20非溶媒は塩素を含まず、該非溶媒中のCL - 20の溶解度は1重量／容量（g／mL）%未満であり；

該晶析容器に ϵ - 多形体CL - 20のシード結晶を導入して該乾燥CL - 20溶媒から ϵ - 多形体CL - 20の結晶化を誘起させ；

結晶化した ϵ - 多形体CL - 20、CL - 20溶媒およびCL - 20非溶媒をCL - 20回収タンクに移送し；

該CL - 20回収タンクに、該 ϵ - 多形体CL - 20が湿った状態になるように、該 ϵ - 多形体CL - 20結晶の表面から該非溶媒および該CL - 20溶媒を置換するのに十分な量の水を導入し、；そして

該湿潤結晶化 ϵ - 多形体CL - 20を回収する；

工程を含んでなる、 ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

1 1. 次の：

溶解容器中でCL - 20溶媒中にCL - 20を溶解し；そして

廃水相および溶解容器からの湿潤CL - 20溶媒／CL - 20 - 溶液を第1デカンターに送る工程をさらに含み、ここで該第1デカンターは湿潤CL - 20溶媒／CL - 20 - 溶液から廃水相を除去するものである；

請求の範囲第1 0項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

1 2. 湿潤結晶化 ϵ - 多形体CL - 20の生成後に非溶媒、溶媒および過剰の水を分離し、再循環させる工程をさらに含んでいる、請求の範囲第1 1項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

1 3. CL - 20溶媒が酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸イソプロピル、酢酸ブチル、THFおよびMEKから選ばれる、請求の範囲第1項、第4項又は第1 2項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

1 4. CL - 20溶媒が酢酸エチルである、請求の範囲第1項、第4項又は第1 2項に規定される ϵ - 多形体CL - 20の結晶化法。

15. CL - 20 非溶媒がヘキサン、シクロヘキサン、ヘプタン、オクタン、ベンゼン、トルエン、キシレン、鉱油、石油エーテルおよびリグロインから選ばれる、請求の範囲第4項、第6項又は第13項に規定される ϵ - 多形体 CL - 20 の結晶化法。

16. 塩基が Na_2CO_3 、 K_2CO_3 、 NaHCO_3 、 KHCO_3 、 NaOH および KOH から選ばれる、請求の範囲第3項、第4項又は第13項に規定される ϵ - 多形体 CL - 20 の結晶化法。