

【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22年5月13日(2010.5.13)

【公表番号】特表2009-541290(P2009-541290A)

【公表日】平成21年11月26日(2009.11.26)

【年通号数】公開・登録公報2009-047

【出願番号】特願2009-515959(P2009-515959)

【国際特許分類】

C 07 D 333/20 (2006.01)

C 30 B 29/54 (2006.01)

C 30 B 33/00 (2006.01)

C 30 B 7/08 (2006.01)

【F I】

C 07 D 333/20 C S P

C 30 B 29/54

C 30 B 33/00

C 30 B 7/08

【手続補正書】

【提出日】平成22年3月26日(2010.3.26)

【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】

11.99±0.2、14.78±0.2、21.44±0.2、22.16±0.2
、23.12±0.2および24.12±0.2度の2シータで表されるピークを含むX
線回折パターンを示す結晶塩酸デュロキセチンの調製方法であって、該方法は、

(a) 第1の有機溶媒にデュロキセチンを溶解し、第1の溶液を形成する工程；

(b) 該第1の溶液とHClを含む第2の有機溶媒溶液とを合わせて、第2の溶液を形
成する工程；

(c) 該溶液から塩酸デュロキセチンを晶出させる工程；および

(d) 該結晶化した塩酸デュロキセチンを収集する工程、
を含み、

該第1の有機溶媒が芳香族炭化水素である、

方法。

【請求項2】

前記結晶塩酸デュロキセチンが、11.02±0.2、11.99±0.2、13.9
4±0.2、14.78±0.2、16.19±0.2、16.87±0.2、18.0
±0.2、18.8±0.2、19.77±0.2、20.84±0.2、21.44±
0.2、22.16±0.2、23.12±0.2、24.12±0.2、26.34±
0.2、26.76±0.2、27.0±0.2、27.45±0.2、29.24±
0.2、29.58±0.2、29.92±0.2、30.4±0.2、32.2±0.2
、32.82±0.2および34.17±0.2度の2シータで表されるX線回折パ
ターンを示す、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記第1の有機溶媒がトルエンである、請求項1または2に記載の方法。

【請求項 4】

前記第2の有機溶媒がアルコールである、請求項1から3のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

前記第2の有機溶媒がエタノールである、請求項4に記載の方法。

【請求項 6】

前記デュロキセチンを、前記第1の有機溶媒中にデュロキセチン3gにつき第1の有機溶媒40m1の比率で溶解する、請求項1から5のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

前記第2の有機溶媒が20%のHClを含む、請求項1から6のいずれかに記載の方法。

【請求項 8】

前記第1の溶液を、0にて前記第2の有機溶媒に添加する、請求項1から7のいずれかに記載の方法。

【請求項 9】

前記第1の溶液を、攪拌しながら前記第2の有機溶媒に添加する、請求項1から8のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

前記塩酸デュロキセチンを、0から10で冷却している間に前記溶液から晶出させる、請求項1から9のいずれかに記載の方法。

【請求項 11】

前記塩酸デュロキセチンを、10時間にわたって前記溶液から晶出させる、請求項1から10のいずれかに記載の方法。

【請求項 12】

前記結晶化した塩酸デュロキセチンを、濾過によって収集する、請求項1から11のいずれかに記載の方法。

【請求項 13】

前記収集された結晶化した塩酸デュロキセチンを洗浄し、次いで乾燥する、請求項1から12のいずれかに記載の方法。

【請求項 14】

前記収集された結晶化した塩酸デュロキセチンを、芳香族炭化水素で洗浄する、請求項13に記載の方法。

【請求項 15】

前記収集された結晶化した塩酸デュロキセチンを、トルエンで洗浄する、請求項13または14に記載の方法。

【請求項 16】

工程(a)で用いるデュロキセチンの調製のために、以下のさらなる工程を含む、請求項1から15のいずれかに記載の方法：

(i) シュウ酸デュロキセチンを、第3の有機溶媒および水の溶液に投入する工程；

(ii) 該シュウ酸デュロキセチンを溶解するために、アンモニア水溶液を添加する工程；

(iii) 分離した有機層を単離する工程；

(iv) 該有機層を飽和塩水で洗浄する工程；

(v) 該有機層を乾燥する工程；および

(vi) 該有機層から該溶媒を除去する工程。

【請求項 17】

前記第3の有機溶媒が、C₁からC₆のエステルである、請求項16に記載の方法。

【請求項 18】

前記第3の有機溶媒が、酢酸エチルである、請求項17に記載の方法。

【請求項 19】

前記シュウ酸デュロキセチンを、前記第3の有機溶媒および水の溶液に、シュウ酸デュ

ロキセチン 39 g につき第3の有機溶媒および水の溶液300m1の比率で投入する、請求項16から18のいずれかに記載の方法。

【請求項20】

前記第3の有機溶媒および水の溶液が、水1m1につき第3の有機溶媒1m1を含有する、請求項16から19のいずれかに記載の方法。

【請求項21】

前記アンモニア水を、攪拌下で添加する、請求項16から20のいずれかに記載の方法。

【請求項22】

単離された水層を、前記第3の有機溶媒で洗浄する、請求項16から21のいずれかに記載の方法。

【請求項23】

前記有機層を、無水硫酸ナトリウムで乾燥する、請求項16から22のいずれかに記載の方法。

【請求項24】

少なくとも95%の純度を有する、請求項1から23のいずれかに記載の方法で調製された結晶塩酸デュロキセチン。

【請求項25】

少なくとも98%の純度を有する、請求項24に記載の結晶塩酸デュロキセチン。

【請求項26】

少なくとも95%の光学純度を有する、請求項1から23のいずれかに記載の方法で調製された結晶塩酸デュロキセチン。

【請求項27】

少なくとも98%の光学純度を有する、請求項26に記載の結晶塩酸デュロキセチン。