

【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 0 7 D 333/20 (2006.01)

C 3 0 B 29/54 (2006.01)

C 3 0 B 33/00 (2006.01)

C 3 0 B 7/08 (2006.01)

【F I】

C 0 7 D 333/20 C S P

C 3 0 B 29/54

C 3 0 B 33/00

C 3 0 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、13.94 ± 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 3 g につき第 1 の有機溶媒 40 ml 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、 C_1 から C_6 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 300 ml 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 1 ml につき第 3 の有機溶媒 1 ml 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。