

【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18年5月11日(2006.5.11)

【公表番号】特表2005-532364(P2005-532364A)

【公表日】平成17年10月27日(2005.10.27)

【年通号数】公開・登録公報2005-042

【出願番号】特願2004-512754(P2004-512754)

【国際特許分類】

C 0 7 D 401/04 (2006.01)

A 6 1 K 31/496 (2006.01)

A 6 1 P 31/04 (2006.01)

【F I】

C 0 7 D 401/04 C S P

A 6 1 K 31/496

A 6 1 P 31/04

【手続補正書】

【提出日】平成18年3月14日(2006.3.14)

【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】

約8.4度、10.8度、20.0度、20.4度、及び21.2度±0.2度2θにおけるX線反射を特徴とするガチフロキサシンの結晶質形態。

【請求項2】

図1に実質的に示されるX線回折図を有する、請求項1に記載のガチフロキサシンの結晶質形態。

【請求項3】

図3に実質的に示されるDSCサーモグラムを有する、請求項2に記載のガチフロキサシンの結晶質形態。

【請求項4】

請求項1に記載のガチフロキサシンの結晶質形態を調製するための方法であって：

a)アセトニトリルとエタノールのおよそ1：1（v/v）混合物中、ガチフロキサシンの溶液を還流（温度）で提供し、

b)当該溶液を約53℃～約56℃の温度へ冷却し、

c)当該溶液を約53℃～約56℃の温度で、ある保持時間に渡り維持し、

d)当該溶液を約5℃の温度へと冷却することによってスラリーを獲得し、そして

e)当該スラリーからガチフロキサシン結晶質形態0を単離する、

段階を含んで成る方法。

【請求項5】

前記冷却段階b)の後に、前記冷却した溶液にガチフロキサシンを播種する段階を更に含んで成る、請求項4に記載の方法。

【請求項6】

前記保持時間が約2時間である、請求項5に記載の方法。

【請求項7】

前記単離段階（f）の前に、前記スラリーを約5℃で約2時間に渡り維持する、請求項

4 に記載の方法。

【請求項 8】

約 10 重量%～約 15 重量%の含水率を有する、請求項 1 に記載のガチフロキサシンの結晶質形態。

【請求項 9】

請求項 1 に記載のガチフロキサシンとガチフロキサシンセスキ水和物との、重量比で約 80 : 20 の混合物を調製するための方法であって、ガチフロキサシン形態 C をある曝露時間に渡り約 60 % 以上の相対湿度を有する雰囲気に対して曝す段階を含んで成る方法。

【請求項 10】

前記曝露時間が約 24 時間以上である、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

請求項 1 に記載のガチフロキサシンとガチフロキサシンセスキ水和物との、重量比で約 1 : 1 の混合物を調製するための方法であって、ガチフロキサシン形態 オメガ をある曝露時間に渡り約 60 % 以上の相対湿度を有する雰囲気に対して曝す段階を含んで成る方法。

【請求項 12】

前記曝露時間が約 24 時間以上である、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

請求項 1 に記載のガチフロキサシンとガチフロキサシンセスキ水和物との、重量比で約 1 : 1 の混合物を調製するための方法であって、ガチフロキサシン形態 TE をある曝露時間に渡り約 80 % 以上の相対湿度を有する雰囲気に対して曝す段階を含んで成る方法。

【請求項 14】

前記曝露時間が約 24 時間以上である、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

結晶質ガチフロキサシン形態 0。

【請求項 16】

約 6.0 度、14.1 度、21.1 度、及び 22.5 度 ± 0.2 度 2θ における X 線反射を特徴とする、ガチフロキサシンの結晶質形態。

【請求項 17】

図 2 において実質的に示される X 線回折図を有する、請求項 16 に記載のガチフロキサシンの結晶質形態。

【請求項 18】

約 1 重量%～約 3 重量%の含水率を有する、請求項 16 に記載のガチフロキサシンの結晶質形態。

【請求項 19】

請求項 16 に記載の結晶質ガチフロキサシンを調製するための方法であって：

- a) アセトニトリル中、ガチフロキサシンの溶液を還流（温度）で提供し、
 - b) 当該溶液を約 1℃/分の速度で冷却することで周囲温度へと冷却することによって懸濁を獲得し、
 - c) 更に当該懸濁を強制的に約 5℃以下に冷却し、
 - d) 当該懸濁から固体を単離し、そして
 - e) 当該単離した固体を湿ったガスで処理して形態 V を獲得する、
- 段階を含んで成る方法。

【請求項 20】

ガチフロキサシン結晶質形態 V。

【請求項 21】

ガチフロキサシン形態 0 を含んで成る医薬組成物。

【請求項 22】

ガチフロキサシン形態 V を含んで成る医薬組成物。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 0 4 1

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 4 1 】

更なる実施態様において、本発明は、形態Vと命名され、約6.0度、14.1度、21.1度、及び22.5度±0.2度2θにおけるX線反射を特徴とする、ガチフロキサシンの新規結晶質形態を提供する。図2は、形態Vの典型的なX線回折図を示す。

【手続補正3】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 7 4

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 7 4 】

【図1】 ガチフロキサシン形態0の典型的なX線回折図である。

【図2】 ガチフロキサシン形態Vの典型的なX線回折図である。

【図3】 ガチフロキサシン形態0の典型的なDSCサーモグラムである。

【図4】 ガチフロキサシン形態0の典型的なTGAサーモグラムである。

【図5】 ガチフロキサシン形態Vの典型的なTGAサーモグラムである。

【図6】 形態0とガチフロキサシンセスキ水和物の、重量で約1：1の混合物（50：50）のX線回折ダイアグラムである。