

【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 24 年 5 月 10 日 (2012.5.10)

【公表番号】特表 2011-514380 (P2011-514380A)

【公表日】平成 23 年 5 月 6 日 (2011.5.6)

【年通号数】公開・登録公報 2011-018

【出願番号】特願 2011-500722 (P2011-500722)

【国際特許分類】

C 07 D 413/04 (2006.01)

A 61 K 31/4439 (2006.01)

A 61 P 25/02 (2006.01)

A 61 P 25/20 (2006.01)

A 61 P 25/16 (2006.01)

A 61 P 1/04 (2006.01)

A 61 P 7/10 (2006.01)

A 61 P 9/12 (2006.01)

A 61 P 43/00 (2006.01)

【F I】

C 07 D 413/04 C S P

A 61 K 31/4439

A 61 P 25/02

A 61 P 25/20

A 61 P 25/16

A 61 P 1/04

A 61 P 7/10

A 61 P 9/12

A 61 P 43/00 1 1 1

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 3 月 13 日 (2012.3.13)

【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】

X 線粉末回折図形が以下の 2 θ 角度：6.6、13.2、17.9 及び 23.8 を示すことを特徴とする、5-[3-(2,5-ジクロロ-4,6-ジメチル-1-オキシ-ピリジン-3-イル)-[1,2,4]オキサジアゾール-5-イル]-3-ニトロベンゼン-1,2-ジオールの結晶変態。

【請求項 2】

X 線粉末回折図形が以下の 2 θ 角度：23.2 及び 24.3 を示すことをさらに特徴とする、請求項 1 に記載の結晶変態。

【請求項 3】

示差走査熱量測定法 (DSC) サーモグラムにおいて 251 で発熱を示すことをさらに特徴とする、請求項 1～2 のいずれか 1 項に記載の結晶変態。

【請求項 4】

810、1325、1537、1589 及び 1628 cm^{-1} におけるラマンピークをさら

に特徴とする、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の結晶変態。

【請求項 5】

固体¹³C - NMRにおける15.7、114.6、148.8及び174.0 ppmのピークをさらに特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の結晶変態。

【請求項 6】

ホットステージ分析において238 で融解開始を示すことをさらに特徴とする、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の結晶変態。

【請求項 7】

60%相対湿度及び25 の条件下で3ヶ月にわたって別の多形体に再配置しないことをさらに特徴とする、請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の結晶変態。

【請求項 8】

X線粉末回折図形が以下の2θ角度：5.7、6.9、13.8及び19.6を示すことを特徴とする、5 - [3 - (2, 5 - ジクロロ - 4, 6 - ジメチル - 1 - オキシ - ピリジン - 3 - イル) - [1, 2, 4] オキサジアゾール - 5 - イル] - 3 - ニトロベンゼン - 1, 2 - ジオールの結晶変態。

【請求項 9】

X線粉末回折図形が以下の2θ角度：11.9及び16.9を示すことをさらに特徴とする、請求項 8 に記載の結晶変態。

【請求項 10】

505、1292、1385、1583及び1630 cm⁻¹におけるラマンピークをさらに特徴とする、請求項 8 または 9 に記載の結晶変態。

【請求項 11】

固体¹³C - NMRにおける150.3、133.9、112.6及び19.8 ppmのピークをさらに特徴とする、請求項 8 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の結晶変態。

【請求項 12】

示差走査熱量測定法(DSC)サーモグラムにおいて237 で発熱を示すことをさらに特徴とする、請求項 8 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の結晶変態。

【請求項 13】

X線粉末回折図形が以下の2θ角度：4.9、13.3、19.1及び24.0を示すことを特徴とする、5 - [3 - (2, 5 - ジクロロ - 4, 6 - ジメチル - 1 - オキシ - ピリジン - 3 - イル) - [1, 2, 4] オキサジアゾール - 5 - イル] - 3 - ニトロベンゼン - 1, 2 - ジオールの結晶変態。

【請求項 14】

X線粉末回折図形が以下の2θ角度：7.3、21.9及び23.4を示すことをさらに特徴とする、請求項 13 に記載の結晶変態。

【請求項 15】

1387、1406、1537、1585及び1630 cm⁻¹におけるラマンピークをさらに特徴とする、請求項 13 または 14 に記載の結晶変態。

【請求項 16】

固体¹³C - NMRにおける150.7、133.5、114.0及び20.2 ppmのピークをさらに特徴とする、請求項 13 ~ 15 のいずれか 1 項に記載の結晶変態。

【請求項 17】

示差走査熱量測定法(DSC)サーモグラムにおいて203 で発熱を示すことをさらに特徴とする、請求項 13 ~ 16 のいずれか 1 項に記載の結晶変態。

【請求項 18】

X線粉末回折図形が以下の2θ角度：12.3、20.0、20.7及び21.4を示すことを特徴とする、5 - [3 - (2, 5 - ジクロロ - 4, 6 - ジメチル - 1 - オキシ - ピリジン - 3 - イル) - [1, 2, 4] オキサジアゾール - 5 - イル] - 3 - ニトロベンゼン - 1, 2 - ジオールの結晶変態。

【請求項 19】

X線粉末回折図形が以下の 2θ 角度：11.6及び24.8を示すことをさらに特徴とする、請求項18に記載の結晶変態。

【請求項20】

X線粉末回折図形が以下の 2θ 角度：9.8、12.2、19.8及び24.5を示すことを特徴とする、5-[3-(2,5-ジクロロ-4,6-ジメチル-1-オキシ-ピリジン-3-イル)]-[1,2,4]オキサジアゾール-5-イル]-3-ニトロベンゼン-1,2-ジオールの結晶変態。

【請求項21】

X線粉末回折図形が以下の 2θ 角度：7.8、15.6、16.2、17.6、21.7及び22.9を示すことをさらに特徴とする、請求項20に記載の結晶変態。

【請求項22】

1356、1533、1556、1583及び1635 cm^{-1} におけるラマンピークをさらに特徴とする、請求項20または21に記載の結晶変態。

【請求項23】

固体 ^{13}C -NMRにおける151.8、133.6、105.1及び19.4 ppmのピークをさらに特徴とする、請求項20～22のいずれか1項に記載の結晶変態。

【請求項24】

示差走査熱量測定法(DSC)サーモグラムにおいて243で発熱を示すことをさらに特徴とする、請求項20～23のいずれか1項に記載の結晶変態。

【請求項25】

示差走査測定法(DSC)サーモグラムにおいて159で吸熱を示すことをさらに特徴とする、請求項20～24のいずれか1項に記載の結晶変態。

【請求項26】

X線粉末回折図形が以下の 2θ 角度：10.7、12.6、16.4及び25.4を示すことを特徴とする、5-[3-(2,5-ジクロロ-4,6-ジメチル-1-オキシ-ピリジン-3-イル)]-[1,2,4]オキサジアゾール-5-イル]-3-ニトロベンゼン-1,2-ジオールの結晶変態。

【請求項27】

X線粉末回折図形が以下の 2θ 角度：8.2及び13.5を示すことをさらに特徴とする、請求項26に記載の結晶変態。

【請求項28】

請求項1～27のいずれか1項に記載の結晶変態を含む医薬組成物。

【請求項29】

X線粉末回折図形が以下の 2θ 角度：6.6、6.9、11.8、13.2、17.2、17.9、19.8、22.6、23.2、23.8、24.3及び25.3由来の少なくとも3つの 2θ 角度を示すことを特徴とし、且つ示差走査熱量測定法(DSC)サーモグラムにおいて251で発熱を示すことを特徴とする、5-[3-(2,5-ジクロロ-4,6-ジメチル-1-オキシ-ピリジン-3-イル)]-[1,2,4]オキサジアゾール-5-イル]-3-ニトロベンゼン-1,2-ジオールを含む医薬組成物。

【請求項30】

XRPDが以下のピーク：6.6、23.2及び24.3を示す、請求項29に記載の医薬組成物。

【請求項31】

ラマンスペクトルが以下のピークリスト [cm^{-1}]：145、170、216、237、256、285、339、370、420、442、465、505、526、710、810、974、1007、1059、1159、1228、1254、1277、1325、1387、1414、1448、1498、1537、1589、1628、2927由来の少なくとも3つのピークを示すことをさらに特徴とする、請求項29または30に記載の医薬組成物。

【請求項32】

固体¹³C - NMRスペクトル(100 MHz)が以下のピークリスト[ppm]: 174.0、163.9、150.4、148.8、144.5、140.2、134.8、133.2、129.8、124.9、124.0、122.1、114.6、22.5及び15.7由来の少なくとも3つのピークを示すことをさらに特徴とする、請求項29～31のいずれか1項に記載の医薬組成物。

【請求項33】

X線粉末回折図形が以下の2θ角度: 5.7、6.9、8.0、9.8、11.3、11.9、13.8、14.4、16.9、19.6及び20.4由来の少なくとも3つの2θ角度を示すことを特徴とし、且つ示差走査熱量測定法(DSC)サーモグラムにおいて237で発熱を示すことを特徴とする、5-[3-(2,5-ジクロロ-4,6-ジメチル-1-オキシ-ピリジン-3-イル)-[1,2,4]オキサジアゾール-5-イル]-3-ニトロベンゼン-1,2-ジオールを含む医薬組成物。

【請求項34】

XRPDが以下のピーク: 5.7、16.9及び19.6を示す、請求項33に記載の医薬組成物。

【請求項35】

ラマンスペクトルが以下のピークリスト[cm⁻¹]: 141、214、235、253、280、339、361、372、399、415、440、463、505、526、710、812、887、926、970、1001、1059、1157、1227、1292、1317、1385、1406、1444、1504、1537、1583、1630及び2933由来の少なくとも3つのピークを示すことをさらに特徴とする、請求項33または34に記載の医薬組成物。

【請求項36】

固体¹³C - NMRスペクトル(100 MHz)が以下のピークリスト[ppm]: 174.4、164.7、150.3、139.1、133.9、132.8、123.5、120.3、114.0、112.6、19.8及び16.6由来の少なくとも3つのピークを示すことをさらに特徴とする、請求項33～35のいずれか1項に記載の医薬組成物。

【請求項37】

少なくとも3ヶ月にわたる60%相対湿度、25の条件下での貯蔵後に、USPパドル試験法、USP、第30版、国民医薬品集、第25版、2007年、米国薬局方、ロックヴィル、第1巻、第711章に従った試験条件下で活性医薬成分の80%が放出されるまでの時間変動が、10%未満であることをさらに特徴とする、請求項29～36のいずれか1項に記載の医薬組成物。

【請求項38】

真空下で請求項13～17のいずれか1項に記載の結晶変態を乾燥する段階を含む、請求項13～17のいずれか1項に記載の結晶変態を請求項8～12のいずれか1項に記載の変態へ転換する方法。

【請求項39】

周囲温度～60までの温度範囲で乾燥段階を実施する、請求項38に記載の方法。

【請求項40】

真空下で請求項20～25のいずれか1項に記載の結晶変態を乾燥する段階を含む、請求項20～25のいずれか1項に記載の結晶変態を請求項1～7のいずれか1項に記載の変態へ転換する方法。

【請求項41】

周囲温度～60までの温度範囲で乾燥段階を実施する、請求項40に記載の方法。

【請求項42】

請求項8～27のいずれか1項に記載の結晶形のスラリーを請求項1～7のいずれか1項に記載の結晶形で播種する段階を含む、請求項8～27のいずれか1項に記載の結晶形を請求項1～7のいずれか1項に記載の結晶形へ転換させる方法。

【請求項 43】

中枢神経または末梢神経系障害に罹患している被験者を処置するための請求項 1 ~ 27 のいずれか 1 項に記載の多形体または請求項 28 ~ 37 のいずれか 1 項に記載の医薬組成物。

【請求項 44】

気分障害、パーキンソン病 (Parkinson's disease) 及びパーキンソニアン病 (parkinsonian disorder)、胃腸障害、浮腫形成状態 (edema formation state) 及び高血圧を処置するための請求項 43 に記載の多形体または医薬組成物。

【請求項 45】

L-DOPA / AADC 治療において使用するための請求項 43 または 44 に記載の多形体または医薬組成物。