

【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】令和3年8月26日(2021.8.26)

【公表番号】特表2020-527563(P2020-527563A)

【公表日】令和2年9月10日(2020.9.10)

【年通号数】公開・登録公報2020-037

【出願番号】特願2020-502159(P2020-502159)

【国際特許分類】

C 07 D 239/47 (2006.01)

A 01 N 43/54 (2006.01)

A 01 P 3/00 (2006.01)

【F I】

C 07 D 239/47 C S P

A 01 N 43/54 F

A 01 P 3/00

【手続補正書】

【提出日】令和3年7月15日(2021.7.15)

【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

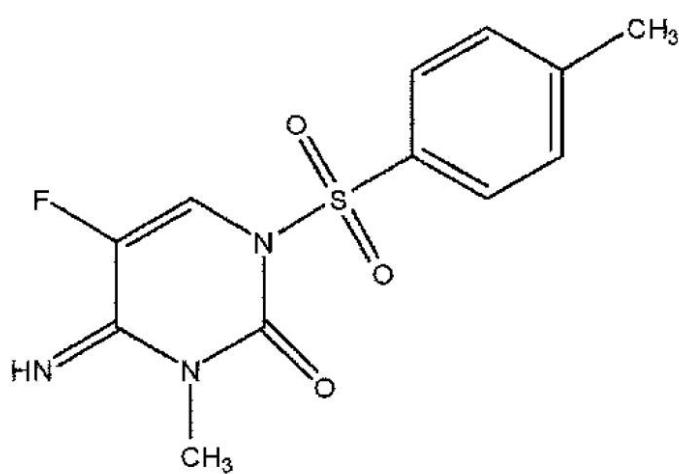
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

以下の構造

【化1】



を有する化合物の結晶形態。

【請求項2】

- a. 前記結晶形態が、無水結晶形態であり、前記無水結晶形態が、多形体である、
- b. 前記結晶形態が水和物である、又は
- c. 前記結晶形態が、溶媒和物である

請求項1に記載の結晶形態。

【請求項3】

前記溶媒和物が、1,4-ジオキサン、テトラヒドロフラン、又は酢酸エチルを含有する請求項2に記載の結晶形態。

【請求項4】

前記結晶無水多形体が、図1のパターンにほぼ従っての粉末X線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末X線回折パターンが、14.05、17.51、18.75、21.63及び26.51の2-シータ角値でピークを含む請求項2に記載の結晶形態。

【請求項5】

a. 約160 のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、

b. 約159 の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、

c. 約110 J/g の融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、及び/又は

d. 分解が210 を超える温度で始まることを示すTG-FTRサーモグラムにより特徴づけられる請求項4に記載の結晶形態。

【請求項6】

前記結晶無水多形体が、図4のパターンにほぼ従っての粉末X線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末X線回折パターンが、9.20、11.88、22.33及び22.59の2-シータ角値でピークを含む請求項2に記載の結晶形態。

【請求項7】

a. 約157 のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、

b. 約156 の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、

c. 約112 J/g の融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、及び/又は

d. 分解が210 を超える温度で始まることを示すTG-FTRサーモグラムにより特徴づけられる請求項6に記載の結晶形態。

【請求項8】

前記結晶水和形態が、図7のパターンにほぼ従っての粉末X線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末X線回折パターンが、5.34、7.48、10.68及び16.05の2-シータ角値でピークを含む請求項2に記載の結晶形態。

【請求項9】

a. 約139.5 のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線であって、前記DSCが、密閉パンで測定される示差走査熱量分析(DSC)曲線、

b. 約139 の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線であって、前記DSCが、密閉パンで測定される示差走査熱量分析(DSC)曲線、

c. 約115 J/g の融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線であって、前記DSCが、密閉パンで測定される示差走査熱量分析(DSC)曲線、

d. 約160 のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線であって、前記DSCが、オープンパンで測定される示差走査熱量分析(DSC)曲線、

e. 約159 の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線であって、前記DSCが、オープンパンで測定される示差走査熱量分析(DSC)曲線、

f. 約98 J/g の融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線であって、前記DSCが、オープンパンで測定される示差走査熱量分析(DSC)曲線、及び/又は

g. 分解が190 を超える温度で始まることを示すTG-FTRサーモグラム

により特徴づけられる請求項 8 に記載の結晶形態。

【請求項 10】

a. 前記結晶性溶媒和が、図 11 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末 X 線回折パターンが、5.42、7.50、10.82 及び 16.91 の 2 - シータ角値でピークを含み、

b. 前記結晶性溶媒和が、図 13 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末 X 線回折パターンが、4.7、5.00、9.66 及び 23.97 の 2 - シータ角値でピークを含み、又は

c. 前記結晶性溶媒和が、図 15 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末 X 線回折パターンが、5.34、7.48、10.68、16.07 及び 21.83 の 2 - シータ角値でピークを含む

請求項 2 又は 3 に記載の結晶形態。

【請求項 11】

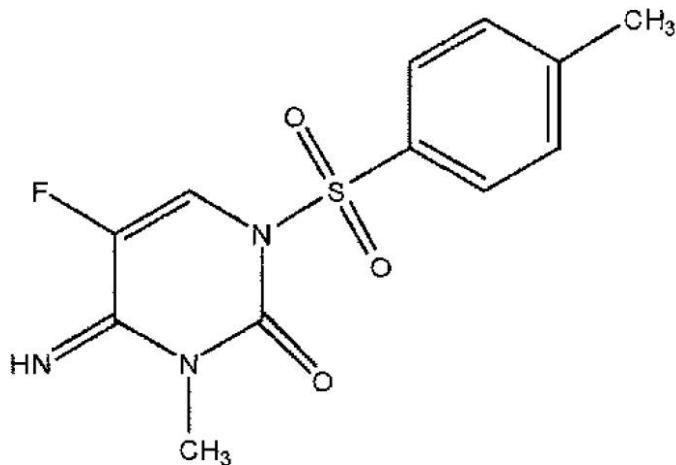
a. 分解が 180 を超える温度で始まることを示す T G - F T I R サーモグラム、又は

b. 分解が 200 を超える温度で始まることを示す T G - F T I R サーモグラムにより特徴づけられる請求項 10 に記載の結晶形態。

【請求項 12】

以下の構造

【化 2】



を有する化合物の結晶形態の混合物であって、

- a. 請求項 1 ~ 11 のいずれかに 1 項に記載の 1 つ又は複数の結晶形態の混合物
- b. 請求項 4 ~ 7 に記載の 1 つ又は複数の結晶形態の混合物
- c. 結晶形態 I と結晶形態 II の混合物、又は
- d. 結晶形態 I と結晶水和形態の混合物

である混合物。

【請求項 13】

請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の結晶形態又は請求項 12 に記載の混合物を含む組成物。

【請求項 14】

- a. 前記結晶形態又はその混合物が溶液中にあり、
- b. 前記組成物は、1 種又は複数種の殺真菌担体を含み、
- c. 前記組成物は、少なくとも 1 種の賦形剤を含み、
- d. 前記組成物は、少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤を含み、好ましくはステロール生合成抑制剤、コハク酸デヒドロゲナーゼ抑制剤、ストロビルリン殺真菌剤、及びマルチサ

イト抑制剤からなる群から選択され、及び／又は

e . 前記組成物が、固体組成物又は液状組成物である、

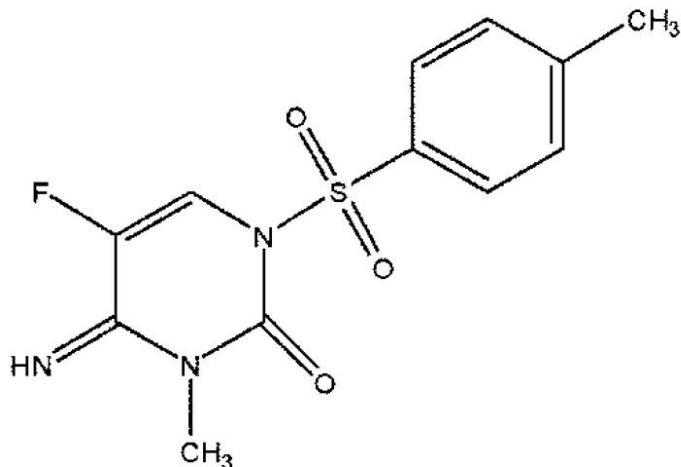
請求項 1 3 に記載の組成物。

【請求項 1 5】

植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が、

a . i) 以下の構造

【化 3】



を有する化合物の結晶形態を取得するステップ、及び

i i) 前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に結晶形態を散布して、それにより前記植物への真菌の攻撃を防除するステップ、

b . 請求項 1 ~ 1 1 のいずれか 1 項に記載の結晶形態、請求項 1 2 に記載の混合物、又は請求項 1 3 又は 1 4 に記載の組成物を前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に散布して、それにより前記植物への真菌の攻撃を防除するステップ、

c . 前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に、相乗作用性殺真菌混合物を散布するステップを備え、前記混合物が、

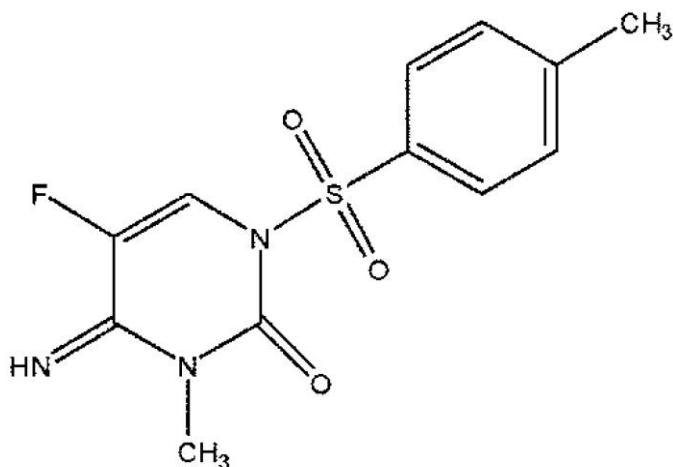
i) 殺菌有効量の請求項 1 ~ 1 1 のいずれか 1 項に記載の結晶形態、請求項 1 2 に記載の混合物、又は請求項 1 3 または 1 4 に記載の組成物、及び

i i) 少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤

を含み、それにより、前記植物への真菌の攻撃を防除するステップ、

d . i) 構造

【化4】



を有する化合物の組成物を取得するステップ、及び

i i) 前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び / 又は前記植物に前記組成物を散布して、それにより前記植物への真菌の攻撃を防除するステップ、又は

e . i) 請求項 1 3 または 1 4 に記載の組成物を取得するステップ、及び

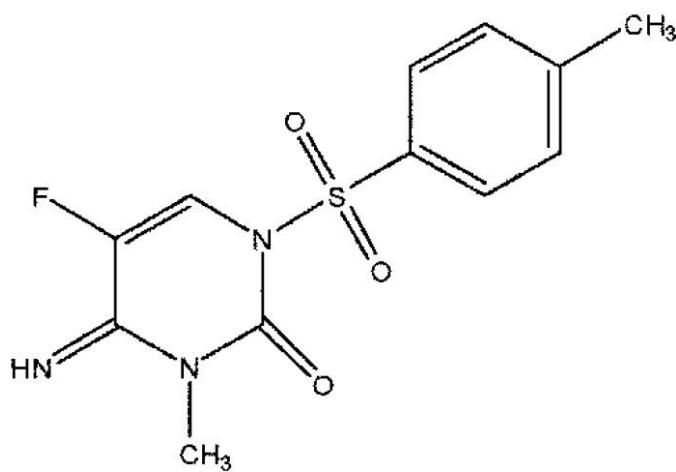
i i) 前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び / 又は前記植物に前記組成物を散布して、それにより前記植物への真菌の攻撃を防除するステップ、を備える方法。

【請求項 1 6】

根及び / 又は種子及び / 又は植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が

a . i) 構造

【化5】



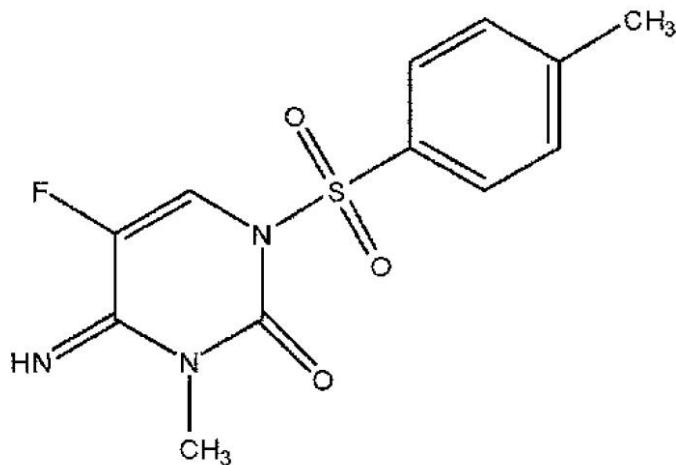
を有する化合物の溶液を取得するステップ、及び

i i) 前記植物の前記根、種子又は茎葉に、その寄生を予防すべき場所に、及び / 又は前記植物に、前記溶液を散布し、それにより前記根及び / 又は種子及び / 又は植物への真菌の攻撃を防除するステップ、

b . i) 請求項 1 ~ 1 1 のいずれか 1 項に記載の結晶形態の溶液、又は請求項 1 2 に記載の混合物の溶液を取得するステップ、及び

i i) 前記植物の前記根、種子又は茎葉に、その寄生を予防するべき場所に、及び／又は前記植物に、前記溶液を散布し、それにより前記根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除するステップ、

c . i) 構造
【化6】



を有する化合物の組成物を取得するステップ、及び

i i) 植物の前記根、種子又は茎葉に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に、前記組成物を散布して、それにより前記根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除するステップ、又は

d . i) 請求項1 3又は1 4に記載の組成物を取得するステップ、及び

i i) 前記植物の商業的価値を損なうことなく、様々な真菌を防除するために、植物の根、種子又は茎葉に前記組成物を散布して、それにより前記根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除するステップ

を備える方法。

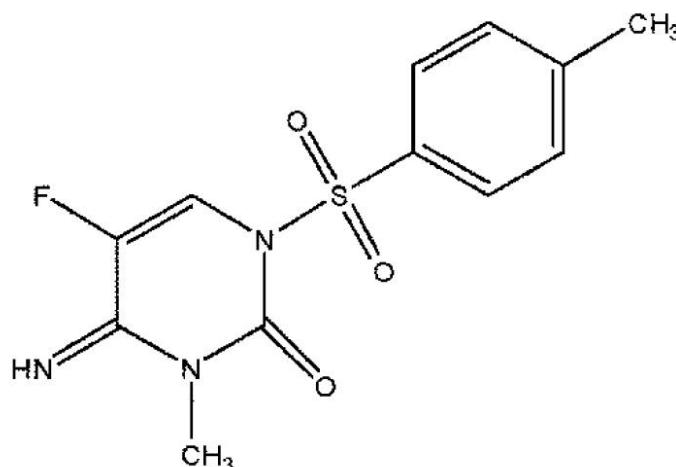
【請求項1 7】

請求項4～11のいずれか1項に記載の結晶無水多形形態を調製するプロセスであって、

a . 前記結晶無水多形体が、図1のパターンにほぼ従っての粉末X線回折パターンを有し、前記プロセスが、

i) 有機溶媒中の、以下の構造

【化7】



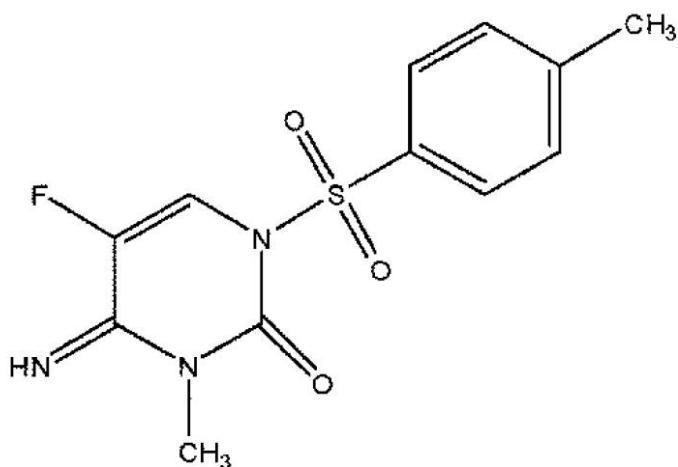
を有する化合物を提供するステップ、及び

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップを含み、

b . 前記結晶無水多形体が、図 4 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、前記プロセスが、

i) 以下の構造

【化 8】



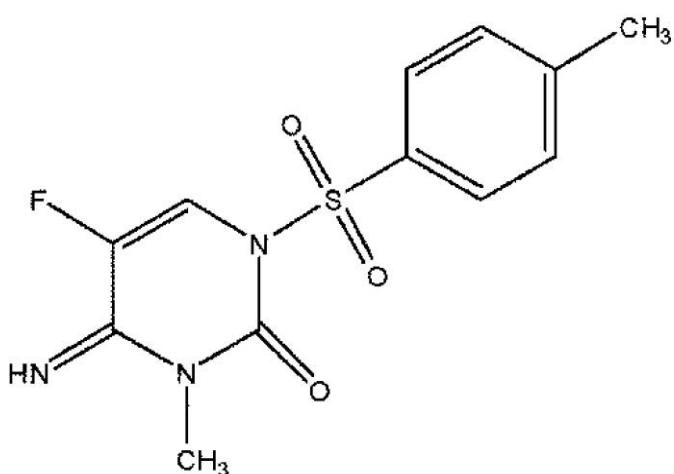
を有する化合物の有機溶媒溶液を提供するステップ、及び

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップを含み、

c . 前記結晶水和形体が、図 7 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、前記プロセスが、

i) 以下の構造

【化 9】



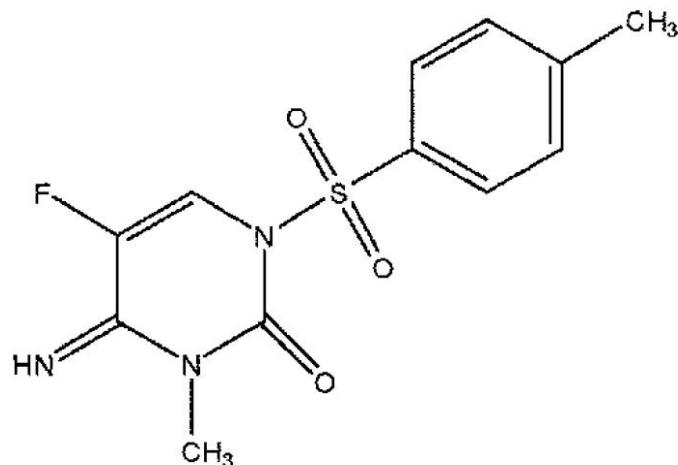
を有する化合物の有機溶媒溶液を提供するステップ、及び

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップを含み、

d . 前記結晶性溶媒和が、

i) 以下の構造

【化10】



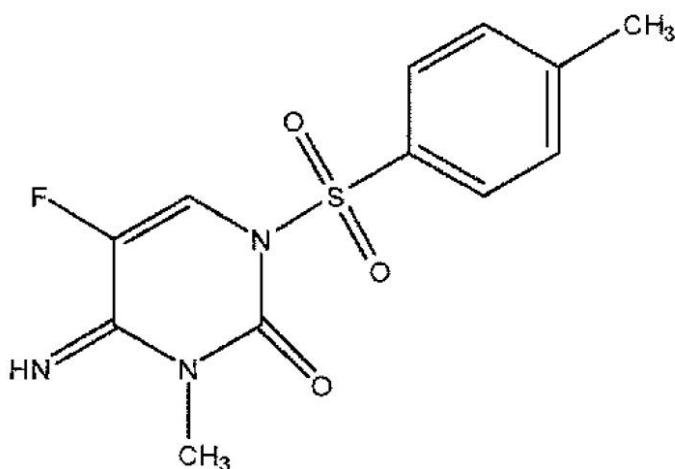
を有する化合物の1, 4ジオキサン溶液を提供するステップ、及び

i i) ステップi) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップにより調製され、

e . 前記結晶性溶媒和が、

i) 以下の構造

【化11】



を有する化合物のテトラヒドロフラン溶液を提供するステップ、及び

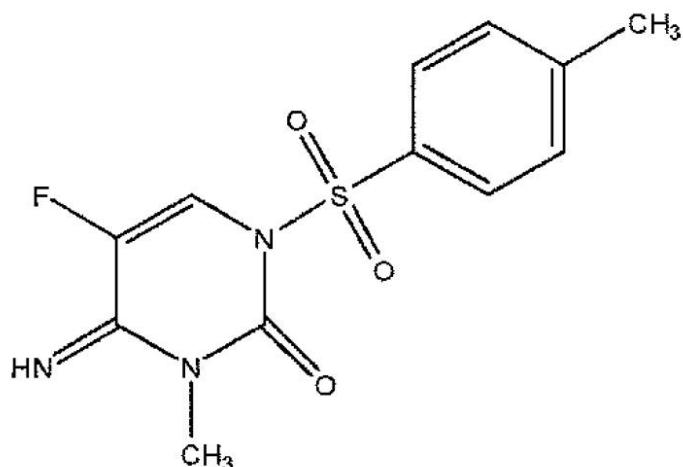
i i) ステップi) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ、及び

i i i) ステップi i) の濾過からの母液を留去により濃縮するステップにより調製され、又は

f . 前記結晶性溶媒和が、

i) 以下の構造

【化12】



を有する化合物の酢酸エチル溶液を提供するステップ、及び

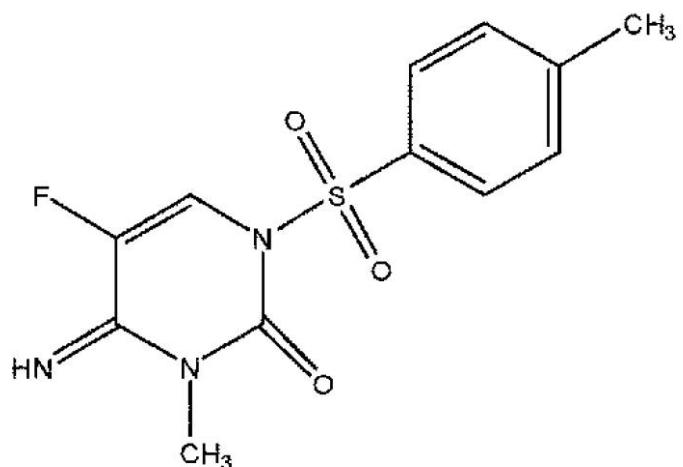
i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップによって調製される、プロセス。

【請求項18】

(i) 請求項 4 又は 5 に記載の結晶無水多形形態であって、図 1 のパターンにほぼ従つての粉末 X 線回折パターンを有する結晶無水多形形態と、(i i) 請求項 8 又は 9 に記載の結晶水和形態とからなる混合物を調製するプロセスであって、

a) 以下の構造

【化13】



を有する化合物の有機溶媒溶液を提供するステップ、及び

b) ステップ a) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、好ましくは前記有機溶媒が、メチルテトラヒドロフラン及び / 又はイソプロパノールであるステップ

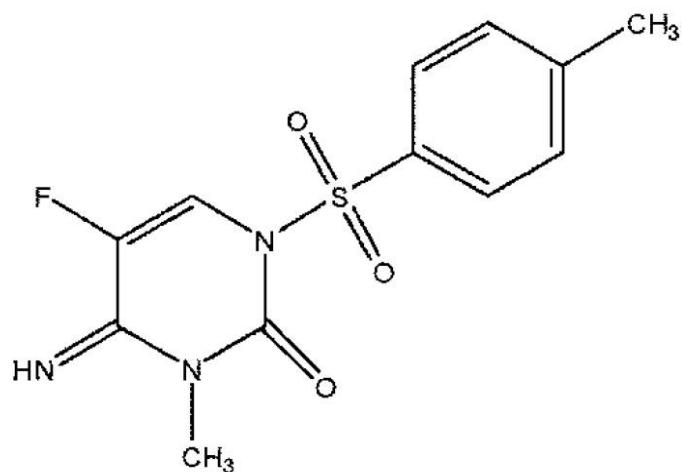
を備えるプロセス。

【請求項19】

請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の結晶形態を調製するプロセスであって、

a . 前記結晶形態が、好適な溶媒中の、以下の構造

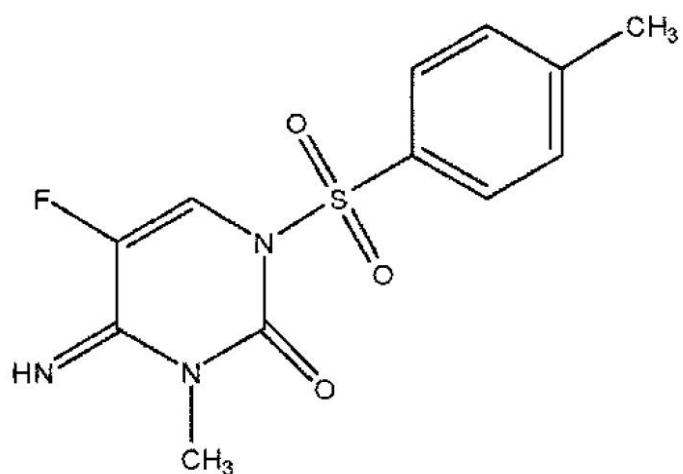
【化14】



を有する化合物を冷却晶析することにより、調製され、

b. 前記結晶形態が、好適な溶媒中の、以下の構造

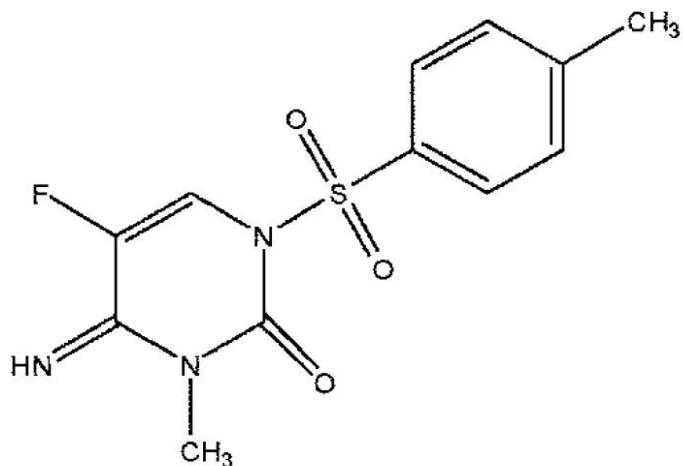
【化15】



を有する化合物を蒸発晶析することにより、調製され、又は

c. 前記結晶形態が、好適な溶媒中の、以下の構造

【化 1 6】



を有する化合物を懸濁晶析することにより、調製されるプロセス。

【請求項 20】

殺真菌組成物を製造するプロセスであって、前記プロセスは、

a. 請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の結晶形態又は請求項 12 に記載の混合物を取得し、前記殺真菌組成物をそれにより製造するために、前記結晶を賦形剤と組み合わせるステップ、又は

b. 請求項1～11のいずれか1項に記載の結晶形態又は請求項12に記載の混合物を取得し、前記殺真菌組成物をそれにより製造するために、前記結晶を助剤と組み合わせるステップ

を備えるプロセス。

【手續補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 2 8 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

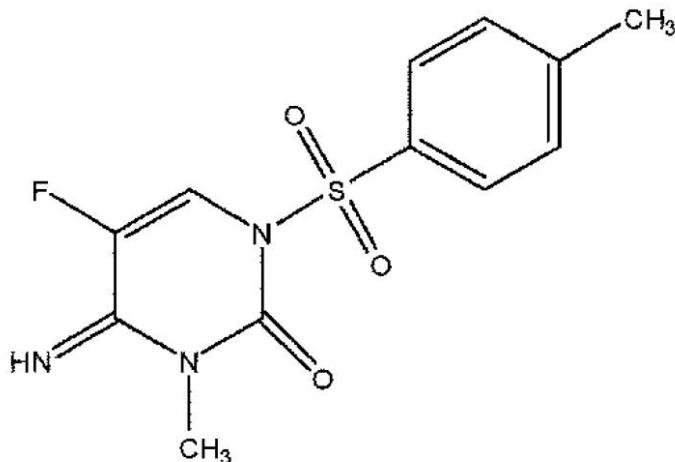
〔 0 2 8 5 〕

Form I は、水和形態よりも純性である。Form I は、5 以上で多形体 Form II よりも熱力学的に安定であり、室温で 0.3 以下の水分活性において、水和形態よりも熱力学的に安定であり、それは、非吸湿性であるので、脱水に対して、固体状態（固体状態では水和物が熱力学的により安定である）で相対湿度が高くても、速度論的に高い安定性を示す。

なお、本発明は以下の態様を含みうる。

〔1〕以下の構造

【化25-1】



を有する化合物の結晶形態。

[2] a. 前記結晶形態が、無水結晶形態であり、前記無水結晶形態が、多形体である

、

b. 前記結晶形態が水和物である、又は

c. 前記結晶形態が、溶媒和物である

上記[1]に記載の結晶形態。

[3] 前記溶媒和物が、1,4-ジオキサン、テトラヒドロフラン、又は酢酸エチルを含有する上記[2]に記載の結晶形態。

[4] 前記結晶無水多形体が、図1のパターンにほぼ従っての粉末X線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末X線回折パターンが、14.05、17.51、18.75、21.63及び26.51の2-シータ角値でピークを含む上記[2]に記載の結晶形態

。

[5] a. 約160のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、

b. 約159の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線

、

c. 約110J/gの融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、及び/又は

d. 分解が210を超える温度で始まることを示すTG-FTIRサーモグラムにより特徴づけられる上記[4]に記載の結晶形態。

[6] 前記結晶無水多形体が、図4のパターンにほぼ従っての粉末X線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末X線回折パターンが、9.20、11.88、22.33及び22.59の2-シータ角値でピークを含む上記[2]に記載の結晶形態。

[7] a. 約157のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、

b. 約156の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線

、

c. 約112J/gの融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(DSC)曲線、及び/又は

d. 分解が210を超える温度で始まることを示すTG-FTIRサーモグラムにより特徴づけられる上記[6]に記載の結晶形態。

[8] 前記結晶水和形態が、図7のパターンにほぼ従っての粉末X線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末X線回折パターンが、5.34、7.48、10.68及び16.05の2-シータ角値でピークを含む上記[2]に記載の結晶形態。

[9] a. 約139.5のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析(

D S C) 曲線であって、前記 D S C が、密閉パンで測定される示差走査熱量分析 (D S C) 曲線、

b . 約 139 の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析 (D S C) 曲線であって、前記 D S C が、密閉パンで測定される示差走査熱量分析 (D S C) 曲線、

c . 約 115 J / g の融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析 (D S C) 曲線であって、前記 D S C が、密閉パンで測定される示差走査熱量分析 (D S C) 曲線、

d . 約 160 のピーク温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析 (D S C) 曲線であって、前記 D S C が、オーブンパンで測定される示差走査熱量分析 (D S C) 曲線、

e . 約 159 の開始温度を有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析 (D S C) 曲線であって、前記 D S C が、オーブンパンで測定される示差走査熱量分析 (D S C) 曲線、

f . 約 98 J / g の融解エンタルピーを有する吸熱ピークを示す示差走査熱量分析 (D S C) 曲線であって、前記 D S C が、オーブンパンで測定される示差走査熱量分析 (D S C) 曲線、及び / 又は

g . 分解が 190 を超える温度で始まる事を示す T G - F T I R サーモグラムにより特徴づけられる上記 [8] に記載の結晶形態。

[10] a . 前記結晶性溶媒和が、図 11 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末 X 線回折パターンが、5 . 42、7 . 50、10 . 82 及び 16 . 91 の 2 - シータ角値でピークを含み、

b . 前記結晶性溶媒和が、図 13 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末 X 線回折パターンが、4 . 7、5 . 00、9 . 66 及び 23 . 97 の 2 - シータ角値でピークを含み、又は

c . 前記結晶性溶媒和が、図 15 のパターンにほぼ従っての粉末 X 線回折パターンを有し、好ましくは前記粉末 X 線回折パターンが、5 . 34、7 . 48、10 . 68、16 . 07 及び 21 . 83 の 2 - シータ角値でピークを含む

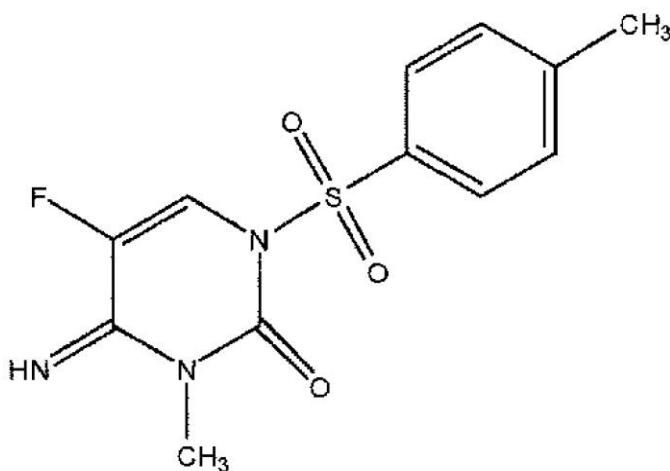
上記 [2] 又は [3] に記載の結晶形態。

[11] a . 分解が 180 を超える温度で始まる事を示す T G - F T I R サーモグラム、又は

b . 分解が 200 を超える温度で始まる事を示す T G - F T I R サーモグラムにより特徴づけられる上記 [10] に記載の結晶形態。

[12] 以下の構造

【化 25 - 2 】



を有する化合物の結晶形態の混合物であって、

a . 上記 [1] ~ [11] のいずれかに記載の 1 つ又は複数の結晶形態の混合物

b. 上記 [4] ~ [7] のいずれかに記載の 1 つ又は複数の結晶形態の混合物
 c. 結晶形態 I と結晶形態 II の混合物、又は
 d. 結晶形態 I と結晶水和形態の混合物
 である混合物。

[13] a. 前記混合物が、少なくとも 25% の前記結晶形態 I である
 b. 前記混合物が、少なくとも 50% の前記結晶形態 I である、又は
 c. 前記混合物が、少なくとも 75% の前記結晶形態 I である

上記 [12] に記載の混合物。

[14] 前記混合物が、タンクミックスであり、好ましくは前記タンクミックスが、前記化合物の 1 つ又は複数の結晶形態と、少なくとも 1 種の他の殺有害生物化合物とを含む上記 [12] 又は [13] に記載の混合物。

[15] 上記 [1] ~ [13] のいずれかに記載の結晶形態又は上記 [12] ~ [14] のいずれかに記載の混合物を含む組成物。

[16] 殺真菌組成物であって、
 a. 上記 [1] ~ [13] のいずれかに記載の結晶形態又は、上記 [12] ~ [14] のいずれかに記載の混合物、又は

b. 上記 [1] ~ [13] のいずれかに記載の結晶形態又は上記 [12] ~ [14] のいずれかに記載の混合物、及び 1 種又は複数種の殺真菌担体を含む殺真菌組成物。

[17] 少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤をさらに含み、場合により、前記組成物が、前記少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤との混合物であり、好ましくは、

a. 前記少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤が、殺真菌ステロール生合成抑制剤であり、
 b. 前記少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤が、コハク酸デヒドロゲナーゼ抑制剤であり

c. 前記少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤が、ストロビルリン殺真菌剤であり、及び / 又は

d. 前記少なくとも 1 種の追加の殺真菌剤が、殺真菌マルチサイト抑制剤である
 上記 [16] に記載の組成物。

[18] a. 前記ステロール生合成抑制剤が、プロチオコナゾール、エポキシコナゾール、シプロコナゾール、ミクロブタニル、プロクロラズ、メトコナゾール、ジフェノコナゾール、テブコナゾール、テトラコナゾール、フェンブコナゾール、プロピコナゾール、フルキンコナゾール、フルシラゾール、フルトリニアホール、及びフェンプロピモルフからなる群から選択され、好ましくは、前記ステロール生合成抑制剤が、エポキシコナゾール、シプロコナゾール、ミクロブタニル、メトコナゾール、プロピコナゾール、プロチオコナゾール、フルキンコナゾール、フルトリニアホール、及びジフェノコナゾールからなる群から選択され、

b. 前記コハク酸デヒドロゲナーゼ抑制剤が、フルキサピロキサド、ベンゾビンジフルビル、ベンチオピラド、イソピラザム、ビキサフェン、ボスカリド、ベンフルフェン、及びフルオピラムからなる群から選択され、好ましくは、前記コハク酸デヒドロゲナーゼ抑制剤が、フルキサピロキサド、ベンゾビンジフルビル、ベンチオピラド、イソピラザム、ボスカリド、及びフルオピラムからなる群から選択され、

c. 前記ストロビルリン殺真菌剤が、ピラクロストロビン、フルオキサストロビン、アゾキシストロビン、トリフロキシストロビン、ピコキシストロビン、及びクレソキシム - メチルからなる群から選択され、並びに / 又は

d. 前記殺真菌マルチサイト抑制剤が、クロロタロニル、マンコゼブ、フォルペット、及びキャプタンからなる群から選択され、好ましくは、殺真菌マルチサイト抑制剤が、フォルペット若しくはキャプタンである
 上記 [17] に記載の組成物。

[19] a. 前記組成物が、固形組成物である、又は

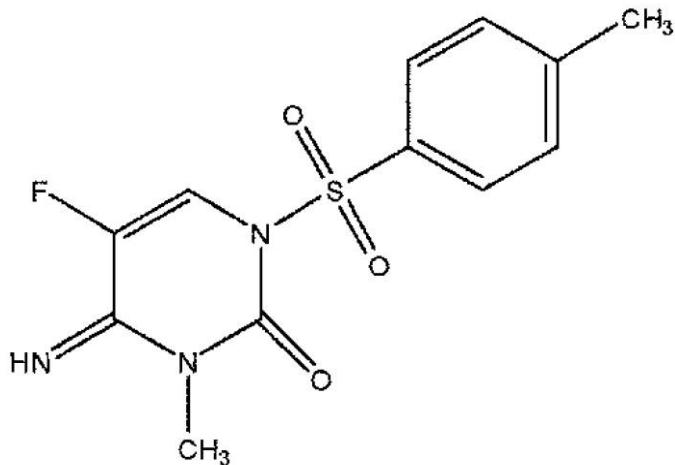
b. 前記組成物が、液状組成物である

上記 [15] ~ [18] のいずれかに記載の結晶形態を含む組成物。

[20] 殺真菌組成物であって、

a . 構造

【化 25 - 3】



を有する化合物の溶液、又は

b . 上記 [1] ~ [11] のいずれかに記載の結晶形態の溶液又は上記 [12] ~ [14] のいずれかに記載の混合物の溶液

を含む殺真菌組成物。

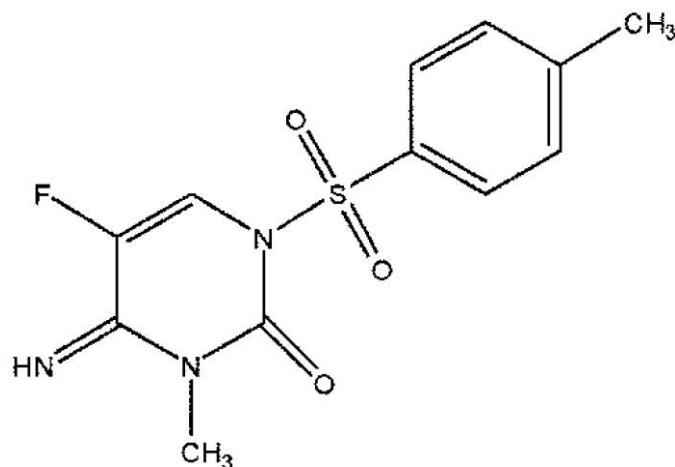
[21] 前記組成物が、少なくとも 1 種の賦形剤をさらに含む上記 [12] ~ [20] のいずれかに記載の組成物。

[22] 前記組成物が、タンクミックスの調製のために少なくとも 1 種の賦形剤をさらに含む上記 [12] ~ [21] のいずれかに記載の組成物。

[23] 植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が、

a . i) 以下の構造

【化 25 - 4】



を有する化合物の結晶形態を取得するステップ、及び

i . ii) 前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び / 又は前記植物に結晶形態を散布して、それにより前記植物への真菌の攻撃を防除するステップ、或いは

b . 上記 [1] ~ [11] のいずれかに記載の結晶形態、上記 [12] ~ [14] のいずれかに記載の混合物、又は上記 [15] ~ [22] のいずれかに記載の組成物を前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び / 又は前記植物に散布して、それに

より前記植物への真菌の攻撃を防除するステップ
を備える方法。

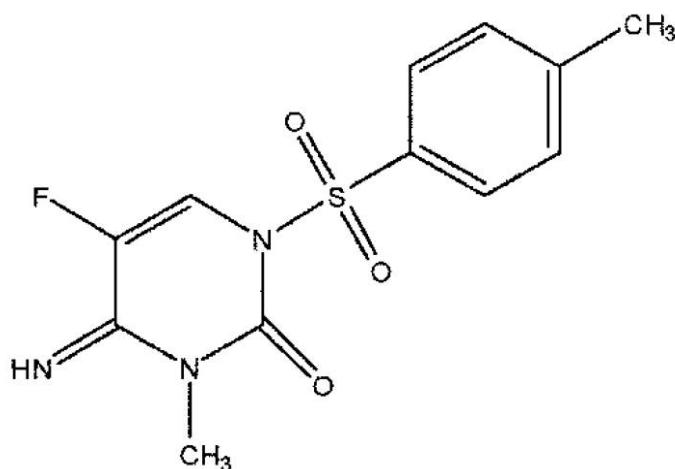
[24] 植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が、前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に、相乗作用性殺真菌混合物を散布するステップを備え、前記混合物が、

i) 殺菌有効量の上記[1]～[11]のいずれかに記載の結晶形態、上記[12]～[14]のいずれかに記載の混合物、又は上記[15]～[22]のいずれかに記載の組成物、及び

ii) 少なくとも1種の追加の殺真菌剤
を含み、それにより、前記植物への真菌の攻撃を防除する方法。

[25] 根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が、

a. i) 構造
【化25-5】



を有する化合物の溶液を取得するステップ、及び

i) 前記植物の前記根、種子又は茎葉に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に、前記溶液を散布し、それにより前記根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除するステップ、或いは

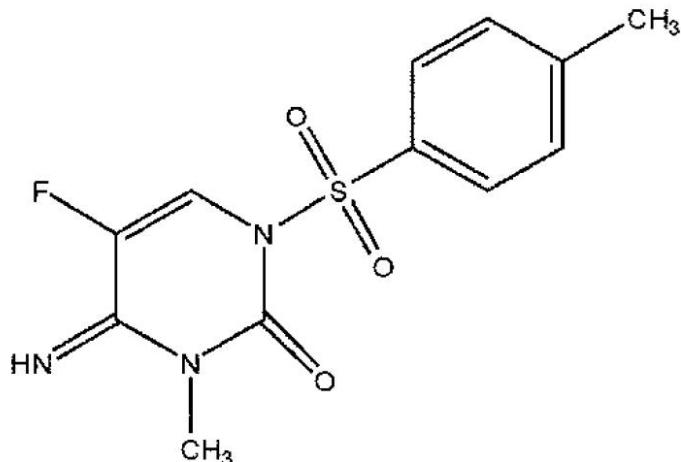
b. i) 上記[1]～[11]のいずれかに記載の結晶形態の溶液、又は上記[12]～[14]のいずれかに記載の混合物の溶液を取得するステップ、及び

i) 前記植物の前記根、種子又は茎葉に、前記寄生を予防すべき場所に及び／又は前記植物に溶液を散布し、それにより前記根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除するステップ
を備える方法。

[26] 前記混合物が、タンクミックスである上記[23]～[25]のいずれかに記載の方法。

[27] 植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が、
i) 構造

【化25-6】



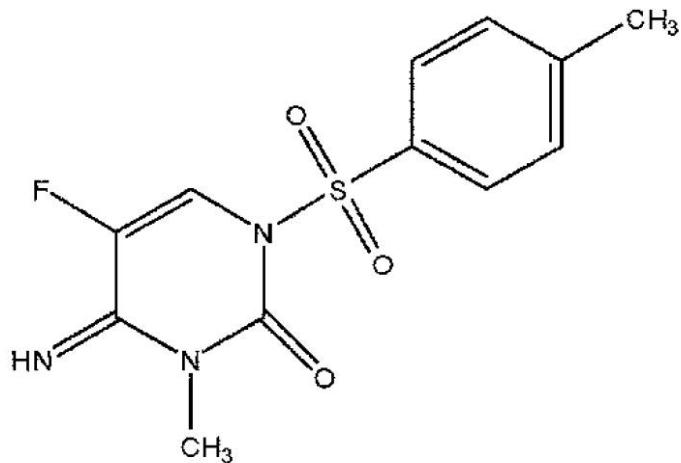
を有する化合物の組成物を取得するステップ、及び

i i) 前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に前記組成物を散布して、それにより前記植物への真菌の攻撃を防除するステップを備える方法。

[28] 根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が、

i) 構造

【化25-7】



を有する化合物の組成物を取得するステップ、及び

i i) 植物の前記根、種子又は茎葉に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に、前記組成物を散布して、それにより前記根及び／又は種子及び／又は植物への真菌の攻撃を防除するステップを備える方法。

[29] (a) 植物への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記方法が、

i) 上記[15]～[22]のいずれかに記載の組成物を取得するステップ、及び

i i) 前記真菌の存在場所に、その寄生を予防すべき場所に、及び／又は前記植物に前記組成物を散布して、それにより前記植物への真菌の攻撃を防除するステップを備える方法、或いは

(b) 植物及び／又は根及び／又は種子への真菌の攻撃を防除する方法であって、前記

方法が、

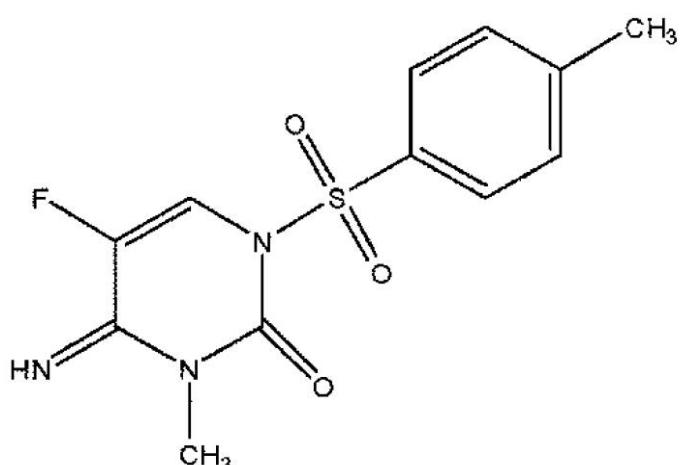
i) 上記 [15] ~ [22] のいずれかに記載の組成物を取得するステップ、及び
 ii) 前記植物の商業的価値を損なうことなく、様々な真菌を防除するために、植物の根、種子又は茎葉に前記組成物を散布するステップ
 を備える方法。

[30] 上記 [4] 又は [5] に記載の結晶無水多形形態を調製するプロセスであって

、

i) 有機溶媒中の、以下の構造

【化 25 - 8 】



を有する化合物を提供するステップ、及び

ii) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ
 を備えるプロセス。

[31] 前記有機溶媒が、トルエン、イソプロパノール、テトラヒドロフラン、メチルtert-ブチルエーテル、シクロペンチルメチルエーテル、メチルテトラヒドロフラン及び/又はジエチルカルボネートであり、好ましくは前記有機溶媒が、トルエン、イソプロパノール、テトラヒドロフラン、又はメチルtert-ブチルエーテルである上記 [30] に記載のプロセス。

[32] 前記有機溶媒と混合した水をさらに含み、好ましくは前記有機溶媒が、イソプロパノールであり、好ましくは前記イソプロパノールと水の混合物が、0.1又は0.3の水分活性を有する上記 [31] に記載のプロセス。

[33] a . (i) トルエン又はtert-ブチルエーテル中の前記化合物を提供するステップ、及び (ii) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が懸濁晶析により形成されるステップ

b . (i) トルエン中の前記化合物を提供するステップ、及び (ii) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ

c . (i) メチルテトラヒドロフラン及びジエチルカルボネート中の前記化合物を提供するステップ、及び (ii) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ

d . (i) テトラヒドロフラン中の前記化合物を提供するステップ、及び (ii) ステップ i) の前記溶液から析出される固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、蒸発晶析により形成されるステップ、或いは

e . (i) シクロペンチルメチルエーテル中の前記化合物を提供するステップ、及び (ii) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、蒸発晶析により形成されるステップ

を備える上記 [30] ~ [32] のいずれかに記載のプロセス。

[34] 前記溶液が、室温で又は約 50 ~ 約 60 の範囲での温度で調製され、及び
/ 又は

a . ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で 1 ~ 15 日間攪拌
され、又は

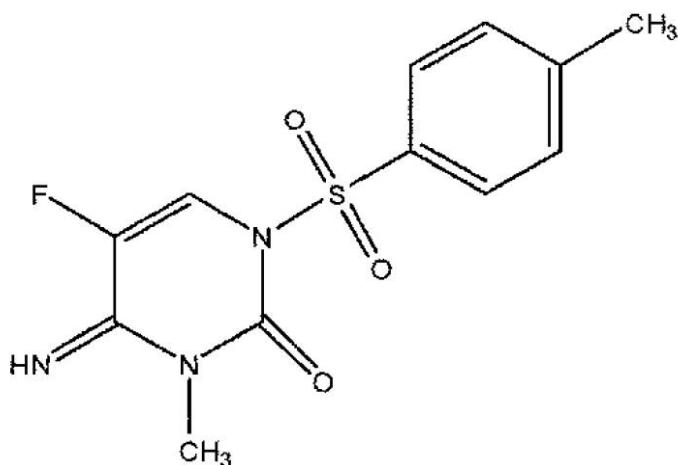
b . ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で約 11 日間攪拌さ
れる

上記 [30] ~ [33] のいずれかに記載のプロセス。

[35] 上記 [6] 又は [7] に記載の結晶無水多形形態を調製するプロセスであって
、

i) 以下の構造

【化 25 - 9】



を有する化合物の有機溶媒溶液を提供するステップ、及び、

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ
を備えるプロセス。

[36] 前記有機溶媒が、メチルエチルケトン又はテトラヒドロフランである上記 [3
5] に記載のプロセス。

[37] 前記有機溶媒と混合した水をさらに含み、好ましくは前記有機溶媒が、テトラ
ヒドロフランであり、好ましくは前記テトラヒドロフランと水の混合物が、0 . 1 又は 0
. 3 の水分活性を有する上記 [36] に記載のプロセス。

[38] i) メチルエチルケトン中の前記化合物を提供するステップ、及び
i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ

を備え、前記結晶多形体が、懸濁晶析により形成される上記 [35] に記載のプロセス。

[39] 前記溶液が、室温で調製され、及び / 又は

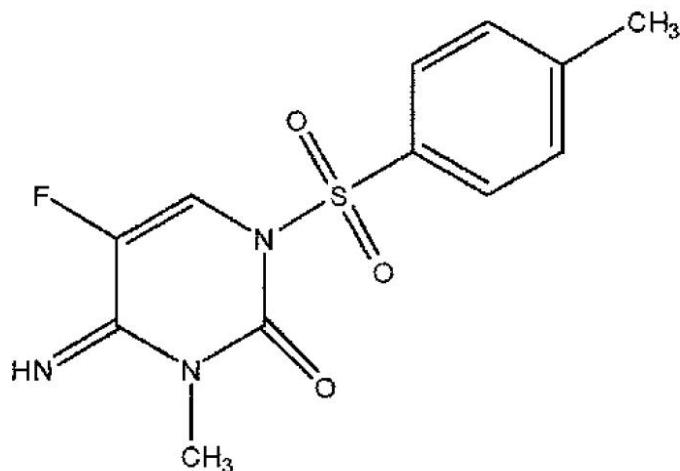
a . ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で 1 ~ 15 日間攪拌
され、又は

b . ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で約 11 日間攪拌さ
れる

上記 [35] ~ [38] のいずれかに記載のプロセス。

[40] 上記 [8] 又は [9] に記載の結晶水和形態を調製するプロセスであって、
i) 以下の構造

【化 25 - 10】



を有する化合物の有機溶媒溶液を提供するステップ、及び

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ
を備えるプロセス。

[4 1] 前記有機溶媒が、アセトニトリル、メタノール、酢酸エチル、エタノール、アセトン、テトラヒドロフラン、ジクロロメタン、メチルテトラヒドロフラン、及び／又は 1 - プロパノールであり、好ましくは前記有機溶媒が、アセトニトリル、メタノール、酢酸エチル、エタノール、アセトン、テトラヒドロフラン又はジクロロメタンである上記 [4 0] に記載のプロセス。

[4 2] 前記有機溶媒と混合された水をさらに含み、好ましくは前記有機溶媒と水の混合物が、4 : 1 のアセトニトリル : 水の混合物である上記 [4 1] に記載のプロセス。

[4 3] a . (i) アセトニトリル中の前記化合物を少なくとも 3 時間提供するステップ及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ、

b . (i) メタノール中の前記化合物を提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ、

c . (i) エタノール中の前記化合物を少なくとも 3 日間提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ、

d . (i) 酢酸エチル中の前記化合物を少なくとも 3 週間提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ、

e . (i) メチルテトラヒドロフラン及びメタノール中の前記化合物を提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ、

f . (i) メチルテトラヒドロフラン及び 1 - プロパノール中の前記化合物を提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ、

g . (i) メチルテトラヒドロフランと混合した水中的前記化合物を提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成されるステップ、

h . (i) アセトン中の前記化合物を提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、蒸発晶析により形成されるステップ、又は

i . (i) ジクロロメタン中の前記化合物を提供するステップ、及び (i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、前記結晶多形体が、蒸発晶析により形成されるステップ

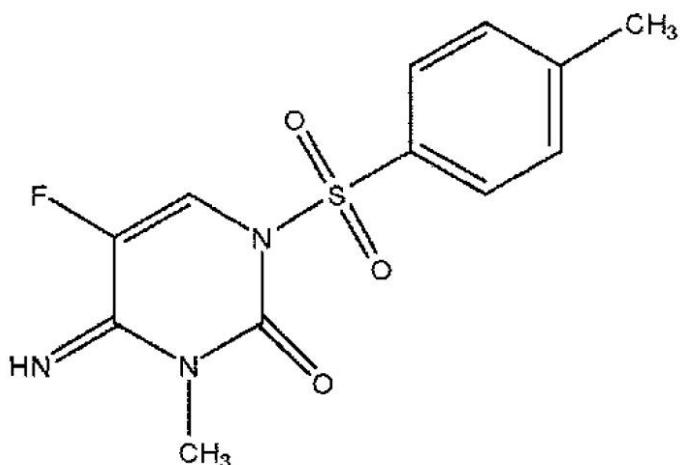
を備える上記 [4 0] ~ [4 2] のいずれかに記載のプロセス。

[4 4] 前記溶液が、約 47 、約 52 、又は約 60 で調製され、及び / 又はステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、約 25 で 16 ~ 20 時間攪拌される上記 [4 0] ~ [4 3] のいずれかに記載のプロセス。

[4 5] 上記 [1 0] 又は [1 1] に記載の結晶性溶媒和形態を調製するプロセスであって、

a . i) 以下の構造

【化 25 - 11】

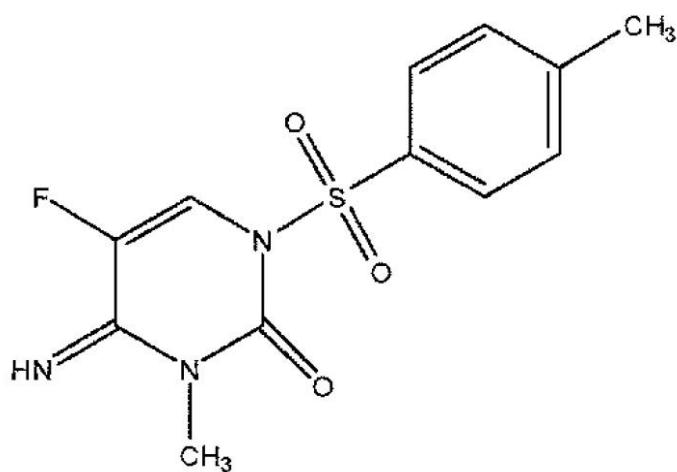


を有する化合物の 1 , 4 ジオキサン溶液を提供するステップ、及び

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ、

b . i) 以下の構造

【化 25 - 12】



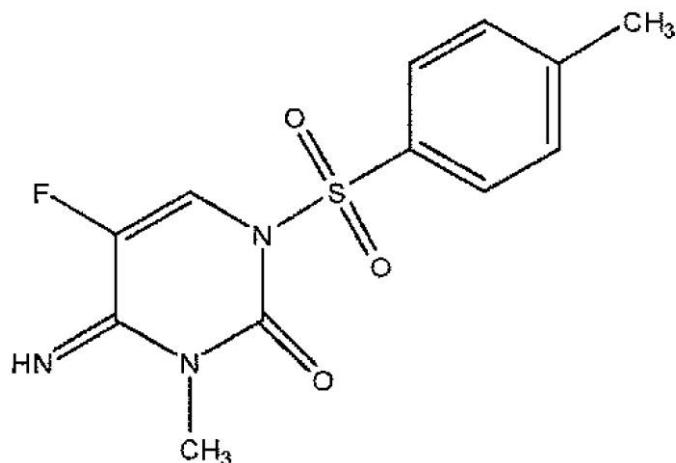
を有する化合物のテトラヒドロフラン溶液を提供するステップ、及び

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ、及び

i i i) ステップ i i) の濾過からの母液を留去により濃縮するステップ、又は

c . i) 以下の構造

【化25-13】



を有する化合物の酢酸エチル溶液を提供するステップ、及び

i i) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ
を備えるプロセス。

[46] 前記溶液が、室温で調製され及び／又は

a. ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で1～15日間攪拌され、又は

b. ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で約11日間攪拌される

上記[45]に記載のプロセス。

[47] 前記溶液が、約30で調製され及び／又は

a. ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で16～36時間攪拌され、又は

b. ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、室温で約24時間攪拌される

上記[45]に記載のプロセス。

[48] a. 前記溶液が、約60で調製され、及び／又は

b. ステップ i) の前記溶液が、ステップ i i) に進む前に、約25で、16～20時間攪拌される

上記[45]に記載のプロセス。

[49] a) 酢酸エチル中の前記化合物を提供するステップ、及び

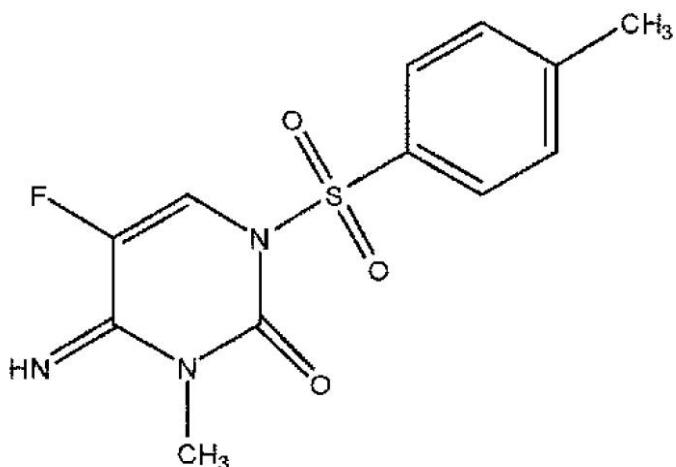
b) ステップ i) の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ、

を備え、前記結晶多形体が、冷却晶析により形成される上記[45]に記載のプロセス。

[50] 上記[4又は5]に記載の結晶無水多形形態と、上記[8]又は[9]に記載の結晶水和形態とからなる混合物を調製するプロセスであって、

a) 以下の構造

【化25-14】



を有する化合物の有機溶媒溶液を提供するステップ、及び

b) ステップa)の前記溶液から析出した固体を濾過するステップであって、好ましくは前記有機溶媒が、メチルテトラヒドロフラン及び/又はイソプロパノールであるステップ

を備えるプロセス。

[51] a) メチルテトラヒドロフラン及びイソプロパノール中の前記化合物を提供するステップ、及び

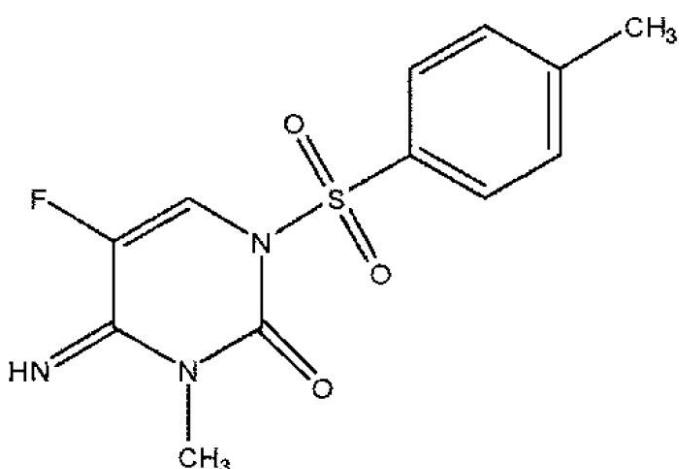
b) ステップa)の前記溶液から析出した固体を濾過するステップ
を備え、前記結晶多形体が、蒸発晶析により形成される上記[50]に記載のプロセス。

[52] 前記溶液が、約50で調製される上記[50]又は[51]に記載のプロセス。

[53] 上記[1]～[11]のいずれかに記載の結晶形態を調製するプロセスであって、

a. 前記結晶形態が、好適な溶媒中の、以下の構造

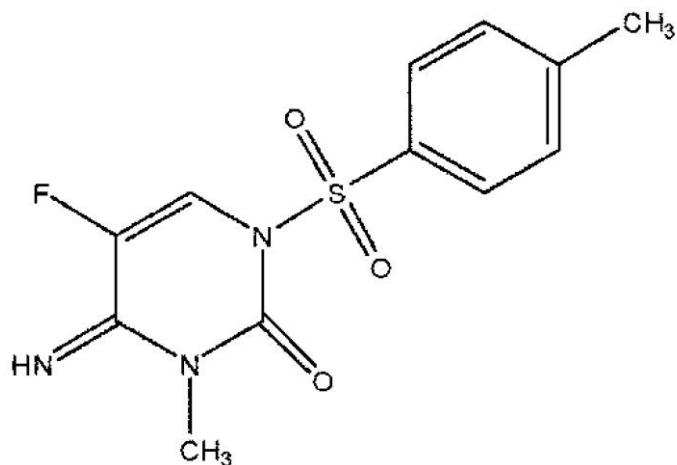
【化25-15】



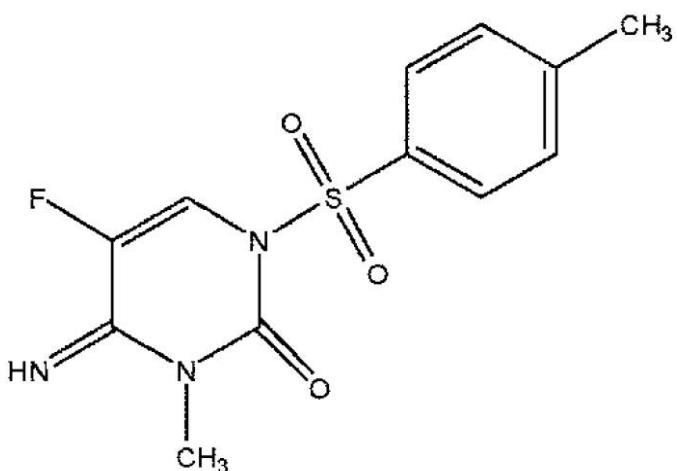
を有する化合物を冷却晶析することにより、調製され、

b. 前記結晶形態が、好適な溶媒中の、以下の構造

【化25-16】

を有する化合物を蒸発晶析することにより、調製され、又はc. 前記結晶形態が、好適な溶媒中の、以下の構造

【化25-17】

を有する化合物を懸濁晶析することにより、調製されるプロセス。[54] 殺真菌組成物を製造するプロセスであって、前記プロセスは、a. 上記[1]～[11]のいずれかに記載の結晶形態又は上記[12]～[14]のいずれかに記載の混合物を取得し、前記殺真菌組成物をそれにより製造するために、前記結晶を賦形剤と組み合わせるステップ、又はb. 上記[1]～[11]のいずれかに記載の結晶形態又は上記[12]～[14]のいずれかに記載の混合物を取得し、前記殺真菌組成物をそれにより製造するために、前記結晶を助剤と組み合わせるステップを備えるプロセス。[55] ステップi)の前記溶液が、ステップi ii)に進む前に、室温で0.5～24時間攪拌され、好ましくはステップi)の前記溶液が、ステップi ii)に進む前に、室温で約2時間攪拌される上記[30]～[33]又は[35]～[38]又は[40]又は[43]又は[45]のいずれかに記載のプロセス。