

【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1月21日(2010.1.21)

【公表番号】特表2009-521414(P2009-521414A)

【公表日】平成21年6月4日(2009.6.4)

【年通号数】公開・登録公報2009-022

【出願番号】特願2008-545772(P2008-545772)

【国際特許分類】

C 0 7 F 9/6561 (2006.01)

A 6 1 K 31/661 (2006.01)

A 6 1 P 31/18 (2006.01)

【F I】

C 0 7 F 9/6561 C S P Z

A 6 1 K 31/661

A 6 1 P 31/18

【手続補正書】

【提出日】平成21年11月26日(2009.11.26)

【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

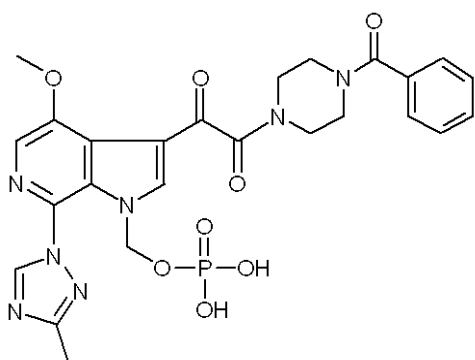
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

実験式 $C_{25}H_{26}N_7O_8P_1 \cdot 2H_2O$ を有する二水和物である 01 - H2 - 1 型を含む、化合物 (I) :

【化 1】



の結晶形。

【請求項 2】

結晶形が約 20 から約 25 の温度であり、下表 :

空間群	単斜晶、 $P2(1)/c$
単位格子定数	$a = 17.2174(18) \text{ \AA}$ $\alpha = 90^\circ$ $b = 18.1242(19) \text{ \AA}$ $\beta = 105.191(4)^\circ$ $c = 9.3705(9) \text{ \AA}$ $\gamma = 90^\circ$
分子／単位格子	4

に実質的に等しい単位格子パラメータの特徴を有する、請求項１の結晶形。

【請求項３】

実質的に表２に記載される部分原子座標の特徴を有する、請求項１の結晶形。

【請求項４】

約 20° から約 25° の温度で、 5.3 ± 0.2 、 7.2 ± 0.2 、 9.7 ± 0.2 、 10.6 ± 0.2 、 10.9 ± 0.2 、 11.7 ± 0.2 、 13.2 ± 0.2 、 13.8 ± 0.2 、 14.5 ± 0.2 、 15.7 ± 0.2 、 17.0 ± 0.2 、 17.7 ± 0.2 、 18.2 ± 0.2 、 19.6 ± 0.2 、および 20.3 ± 0.2 からなる群より選択される４つまたはそれ以上の 2θ 値 ($\text{CuK}\alpha = 1.5418 \text{ \AA}$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴を有する、請求項１の結晶形。

【請求項５】

約 20° から約 25° の温度で、 5.3 ± 0.2 、 7.2 ± 0.2 、 9.7 ± 0.2 、 10.6 ± 0.2 、 10.9 ± 0.2 、 11.7 ± 0.2 、 13.2 ± 0.2 、 13.8 ± 0.2 、 14.5 ± 0.2 、 15.7 ± 0.2 、 17.0 ± 0.2 、 17.7 ± 0.2 、 18.2 ± 0.2 、 19.6 ± 0.2 、および 20.3 ± 0.2 からなる群より選択される５つまたはそれ以上の 2θ 値 ($\text{CuK}\alpha = 1.5418 \text{ \AA}$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴をさらに有する、請求項４の結晶形。

【請求項６】

約 20° から約 25° の温度で、実質的に図１に示される粉末 X 線回折 (PXRD) パターンの特徴を有する、請求項１の結晶形。

【請求項７】

実質的に図２に示される示差走査熱量測定 (DSC) サーモグラムの特徴を有する、請求項１の結晶形。

【請求項８】

実質的に図２に示される熱重量分析 (TGA) 図の特徴を有する、請求項１の結晶形。

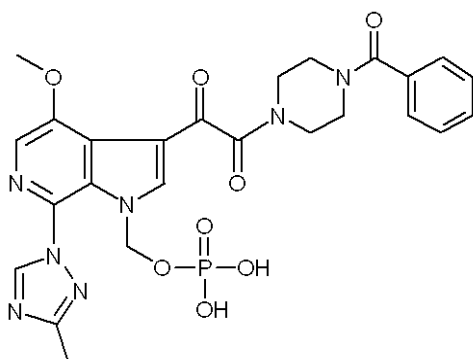
【請求項９】

単結晶形である、請求項１の結晶形。

【請求項１０】

$\text{C}_{25}\text{H}_{24}\text{N}_7\text{O}_8\text{P}_1\text{Na}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \cdot 0.5\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ の実験式を有する二ナトリウム塩のヘミエタノラート八水和物である 02-SA-1 型を含む、化合物 (I) :

【化２】



の結晶形。

【請求項 1 1】

結晶形が約 1 6 3 K から約 1 8 3 K の温度であり、下表：

格子定数	$a = 6.4392 (12) \text{ \AA}$ $\alpha = 99.082 (11) \text{ 度}$ $b = 13.349 (2) \text{ \AA}$ $\beta = 95.975 (12) \text{ 度}$ $c = 21.041 (4) \text{ \AA}$ $\gamma = 90.207 (12) \text{ 度}$
空間群	三斜晶、 $P - 1$
分子／単位格子	2

に実質的に等しい単位格子パラメータの特徴を有する、請求項 1 0 の結晶形。

【請求項 1 2】

実質的に表 4 に記載される原子座標の特徴を有する、請求項 1 0 の結晶形。

【請求項 1 3】

約 1 6 3 K から約 1 8 3 K の温度で、 4.3 ± 0.2 、 6.7 ± 0.2 、 7.4 ± 0.2 、 8.5 ± 0.2 、 10.0 ± 0.2 、 11.8 ± 0.2 、 12.9 ± 0.2 、 13.5 ± 0.2 、 14.1 ± 0.2 、 14.8 ± 0.2 、 15.5 ± 0.2 、 16.0 ± 0.2 、 16.5 ± 0.2 、 17.1 ± 0.2 、および 18.5 ± 0.2 からなる群より選択される 4 つまたはそれ以上の 2 値 ($\text{Cu K} = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴を有する、請求項 1 0 の結晶形。

【請求項 1 4】

約 1 6 3 K から約 1 8 3 K の温度で、 4.3 ± 0.2 、 6.7 ± 0.2 、 7.4 ± 0.2 、 8.5 ± 0.2 、 10.0 ± 0.2 、 11.8 ± 0.2 、 12.9 ± 0.2 、 13.5 ± 0.2 、 14.1 ± 0.2 、 14.8 ± 0.2 、 15.5 ± 0.2 、 16.0 ± 0.2 、 16.5 ± 0.2 、 17.1 ± 0.2 、および 18.5 ± 0.2 からなる群より選択される 5 つまたはそれ以上の 2 値 ($\text{Cu K} = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴をさらに有する、請求項 1 3 の結晶形。

【請求項 1 5】

約 2 0 から約 2 5 の温度で、実質的に図 4 に示される粉末 X 線回折 (P X R D) パターンの特徴を有する、請求項 1 0 の結晶形。

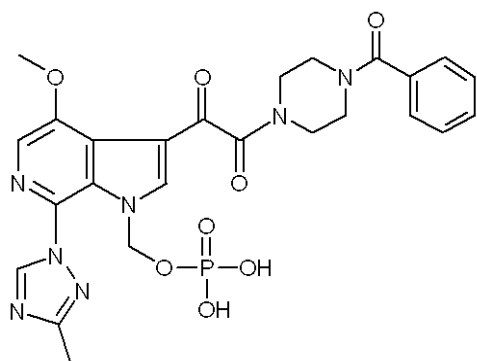
【請求項 1 6】

単結晶形である、請求項 1 0 の結晶形。

【請求項 1 7】

$\text{C}_{25}\text{H}_{26}\text{N}_7\text{O}_8\text{P}_1 \cdot \text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_1\text{O}_3 \cdot 0.5 \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ の実験式を有するモノトリス塩のヘミエタノラートである 0 3 - E . 5 - 1 型を含む、化合物 (I)：

【化 3】



の結晶形。

【請求項 1 8】

結晶形が約 20 から約 25 の温度であり、下表：

格子定数	$a = 35.594 (2) \text{ \AA}$ $\alpha = 90 \text{ 度}$ $b = 6.2790 (4) \text{ \AA}$ $\beta = 97.080 (3) \text{ 度}$ $c = 30.6961 (19) \text{ \AA}$ $\gamma = 90 \text{ 度}$
空間群	単斜晶、C 2 / c
分子／単位格子	8

に実質的に等しい単位格子パラメータの特徴を有する、請求項 17 の結晶形。

【請求項 19】

実質的に表 6 に記載される原子座標の特徴を有する、請求項 17 の結晶形。

【請求項 20】

約 20 から約 25 の温度で、 5.0 ± 0.2 、 5.8 ± 0.2 、 7.2 ± 0.2 、 8.1 ± 0.2 、 10.0 ± 0.2 、 11.0 ± 0.2 、 11.6 ± 0.2 、 12.0 ± 0.2 、 13.2 ± 0.2 、 16.1 ± 0.2 、 17.0 ± 0.2 、 17.5 ± 0.2 、 19.0 ± 0.2 、 20.4 ± 0.2 、および 21.1 ± 0.2 からなる群より選択される 4 つまたはそれ以上の 2 値 (CuK $\lambda = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴を有する、請求項 17 の結晶形。

【請求項 21】

約 20 から約 25 の温度で、 5.0 ± 0.2 、 5.8 ± 0.2 、 7.2 ± 0.2 、 8.1 ± 0.2 、 10.0 ± 0.2 、 11.0 ± 0.2 、 11.6 ± 0.2 、 12.0 ± 0.2 、 13.2 ± 0.2 、 16.1 ± 0.2 、 17.0 ± 0.2 、 17.5 ± 0.2 、 19.0 ± 0.2 、 20.4 ± 0.2 、および 21.1 ± 0.2 からなる群より選択される 5 つまたはそれ以上の 2 値 (CuK $\lambda = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴をさらに有する、請求項 20 の結晶形。

【請求項 22】

約 20 から約 25 の温度で、実質的に図 6 に示される粉末 X 線回折 (PXRD) パターンの特徴を有する、請求項 17 の結晶形。

【請求項 23】

実質的に図 7 に示される示差走査熱量測定 (DSC) サーマグラムの特徴を有する、請求項 17 の結晶形。

【請求項 24】

実質的に図 7 に示される熱重量分析 (TGA) 図の特徴を有する、請求項 17 の結晶形。

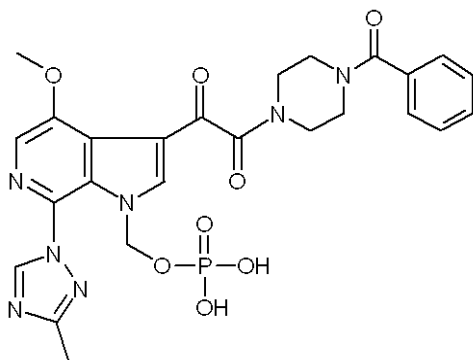
【請求項 25】

単結晶形である、請求項 17 の結晶形。

【請求項 26】

$C_{25}H_{26}N_7O_8P_1 \cdot C_4H_{11}N_1O_3 \cdot 0.5H_2O \cdot 0.5C_3H_6O$ の実験式を有するモノトリス塩のヘミアセトナート半水和物である 03-SA-2 型を含む、化合物 (I)：

【化 4】



の結晶形。

【請求項 27】

結晶形が約 20 から約 25 の温度であり、下表：

格子定数	$a = 43.985(2) \text{ \AA}$ $\alpha = 90^\circ$ $b = 6.3142(3) \text{ \AA}$ $\beta = 125.742(4)^\circ$ $c = 30.2438(17) \text{ \AA}$ $\gamma = 90^\circ$
空間群	単斜晶、 $C2/c$
分子／単位格子	8

に実質的に等しい単位格子パラメータの特徴を有する、請求項 26 の結晶形。

【請求項 28】

実質的に表 8 に記載される原子座標の特徴を有する、請求項 26 の結晶形。

【請求項 29】

約 20 から約 25 の温度で、 5.0 ± 0.2 、 7.2 ± 0.2 、 8.2 ± 0.2 、 9.9 ± 0.2 、 10.9 ± 0.2 、 11.8 ± 0.2 、 14.9 ± 0.2 、 15.4 ± 0.2 、 15.9 ± 0.2 、 16.7 ± 0.2 、 17.3 ± 0.2 、 17.7 ± 0.2 、 20.1 ± 0.2 、 20.6 ± 0.2 、および 21.9 ± 0.2 からなる群より選択される 4 つまたはそれ以上の 2 値 ($CuK = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴を有する、請求項 26 の結晶形。

【請求項 30】

約 20 から約 25 の温度で、 5.0 ± 0.2 、 7.2 ± 0.2 、 8.2 ± 0.2 、 9.9 ± 0.2 、 10.9 ± 0.2 、 11.8 ± 0.2 、 14.9 ± 0.2 、 15.4 ± 0.2 、 15.9 ± 0.2 、 16.7 ± 0.2 、 17.3 ± 0.2 、 17.7 ± 0.2 、 20.1 ± 0.2 、 20.6 ± 0.2 、および 21.9 ± 0.2 からなる群より選択される 5 つまたはそれ以上の 2 値 ($CuK = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴をさらに有する、請求項 29 の結晶形。

【請求項 31】

約 20 から約 25 の温度で、実質的に図 9 に示される粉末 X 線回折 (PXRD) パターンの特徴を有する、請求項 26 の結晶形。

【請求項 32】

実質的に図 10 に示される示差走査熱量測定 (DSC) サーモグラムの特徴を有する、請求項 26 の結晶形。

【請求項 33】

実質的に図 10 に示される熱重量分析 (TGA) 図の特徴を有する、請求項 26 の結晶形。

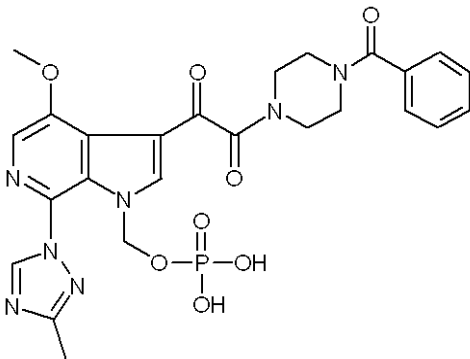
【請求項 34】

単結晶形である、請求項 26 の結晶形。

【請求項 35】

03 - S A - 2 型の脱水および脱溶媒和型であるモノトリス塩である 03 - D S A - 2 型を含む、化合物 (I) :

【化 5】



の結晶形であって、その中で、前記 03 - S A - 2 型は $C_{25}H_{26}N_7O_8P_1 \cdot C_4H_{11}N_1O_3 \cdot 0.5H_2O \cdot 0.5C_3H_6O$ の実験式を有するモノトリス塩のヘミアセトナート半水和物であることを特徴とする結晶形。

【請求項 36】

約 20 から約 25 の温度で、実質的に図 12 に示される粉末 X 線回折 (P X R D) パターンの特徴を有する、請求項 35 の結晶形。

【請求項 37】

実質的に図 13 に示される示差走査熱量測定 (D S C) サーマグラムの特徴を有する、請求項 35 の結晶形。

【請求項 38】

実質的に図 13 に示される熱重量分析 (T G A) 図の特徴を有する、請求項 35 の結晶形。

【請求項 39】

約 20 から約 25 の温度で、 5.0 ± 0.2 、 7.3 ± 0.2 、 8.3 ± 0.2 、 10.1 ± 0.2 、 11.0 ± 0.2 、 14.4 ± 0.2 、 15.0 ± 0.2 、 15.5 ± 0.2 、 16.0 ± 0.2 、 17.4 ± 0.2 、 18.4 ± 0.2 、 18.9 ± 0.2 、 19.4 ± 0.2 、 20.2 ± 0.2 、および 20.6 ± 0.2 からなる群より選択される 4 つまたはそれ以上の 2 値 (Cu K $\alpha = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴を有する、請求項 35 の結晶形。

【請求項 40】

約 20 から約 25 の温度で、 5.0 ± 0.2 、 7.3 ± 0.2 、 8.3 ± 0.2 、 10.1 ± 0.2 、 11.0 ± 0.2 、 14.4 ± 0.2 、 15.0 ± 0.2 、 15.5 ± 0.2 、 16.0 ± 0.2 、 17.4 ± 0.2 、 18.4 ± 0.2 、 18.9 ± 0.2 、 19.4 ± 0.2 、 20.2 ± 0.2 、および 20.6 ± 0.2 からなる群より選択される 5 つまたはそれ以上の 2 値 (Cu K $\alpha = 1.5418$) を含む粉末 X 線回折パターンの特徴をさらに有する、請求項 39 の結晶形。

【請求項 41】

組成物の重量に基づいて、少なくとも 5 重量 % の請求項 1 の結晶形を含む組成物。

【請求項 42】

化合物 (I)、その塩または溶媒和物が実質的に純粋である、請求項 1 の結晶形。

【請求項 43】

実質的な純粋が、化合物 (I)、その塩または溶媒和物の重量が全重量の少なくとも 90 % である、請求項 42 の結晶形。