【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17年8月4日(2005.8.4)

【公開番号】特開2003-40874(P2003-40874A)
【公開日】平成15年2月13日(2003.2.13)
【出願番号】特願2002-163198(P2002-163198)
【国際特許分類第７版】
　Ｃ０７Ｄ 265/18
　Ｃ１２Ｎ　 9/99
// Ａ６１Ｋ　31/536
　Ａ６１Ｐ　43/00
　Ｃ０７Ｍ　 7:00
【ＦＩ】
　Ｃ０７Ｄ 265/18
　Ｃ１２Ｎ　 9/99
　Ａ６１Ｋ　31/536
　Ａ６１Ｐ　43/00　　１１１
　Ｃ０７Ｍ　 7:00

【手続補正書】
【提出日】平成17年1月13日(2005.1.13)
【手続補正１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】特許請求の範囲
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
　１４．５、８．５、８．０、７．２、６．７、６．２、５．２、４．６、４．４、４．２および３．６Åの結晶学的Ｄ間隔を有することならびに示差走査熱量測定により測定した結果１３５℃以上で融解することを特徴とする、（－）－６－クロロ－４－シクロプロピルエチニル－４－トリフルオロメチル－１,４－ジヒドロ－２Ｈ－３,１－ベンゾオキサジン－２－オンである結晶化合物。
【請求項２】
　（１）（－）－６－クロロ－４－シクロプロピルエチニル－４－トリフルオロメチル－１,４－ジヒドロ－２Ｈ－３,１－ベンゾオキサジン－２－オンを、溶媒約３．０ｍＬから約１０．０ｍＬに対して１ｇ溶解する工程、
（２）該化合物の溶液を濾過して、すべての粒子状物質を除去する工程、
（３）該化合物の撹拌溶液に室温で約３０分から約１時間かけて逆溶媒を加え、該化合物を含有する溶液の飽和点に到達させる工程、
（４）該化合物の固体添加シード約２から約１０重量％を該溶液に加えて、スラリーを形成させる工程、
（５）該スラリーを粉砕して、スラリーの稠密度を減少させる工程、
（６）残りの逆溶媒を加えて約３０％から約５０％の所望の溶媒組成に到達させ、必要に応じて添加中に該スラリーを粉砕する工程、
（７）該スラリーを約５℃から約２０℃までゆっくり冷却する工程、
（８）上清濃度が平衡に達するまで、約２から約１６時間熟成させる工程、
（９）必要に応じて該スラリーを粉砕して、スラリーの稠密度を減少させる工程
（１０）該粉砕スラリーを濾過して、該結晶化合物の湿潤ケークを単離する工程

（１１）該湿潤ケークを該湿潤ケーク容積の約１から約２倍の最終結晶化溶媒組成で１回、ついで化合物１ｇ当たり約５から１０ｍＬの逆溶媒で２回洗浄する工程、
（１２）洗浄された湿潤ケークを真空下約４０℃から約９０℃で、約１時間から約３日間または乾燥減量が０．５重量％未満になるまで乾燥させる工程、を含む方法により得られる請求項１に記載の結晶化合物。
【請求項３】
（１）約１０重量％から約２０重量％の最終量の結晶化合物を逆溶媒に対する溶媒の所望のｖ／ｖ比率で２０℃で混合してヒールを形成する工程（溶媒はアセトニトリル、ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミド、エタノール、メタノールおよび２－プロパノールから成る群より選択され、所望の比率は実施例３から８に記載の表において定義されている）、
（２）溶媒と（－）－６－クロロ－４－シクロプロピルエチニル－４－トリフルオロメチル－１,４－ジヒドロ－２Ｈ－３,１－ベンゾオキサジン－２－オンとの溶液および逆溶媒を、逆溶媒に対する溶媒のｖ／ｖ比率を維持しながら一定速度で約６時間かけて同時に該ヒールに加える工程、
（３）添加中に該スラリーを粉砕して、スラリーの稠密度を減少させる工程、
（４）該スラリーを約３時間かけて約１０℃に冷却し、上清濃度が平衡に達するまでスラリーを熟成させる工程、
（５）該粉砕化スラリーを濾過して、結晶性化合物の湿潤ケークを単離する工程、
（６）該湿潤ケークを該湿潤ケーク容積の約１から約２倍の最終結晶化溶媒組成で１回、ついで化合物１ｇ当たり約５ｍＬから約１０ｍＬの水で２回洗浄する工程、
（７）洗浄された湿潤ケークを真空下約４０℃から約９０℃で、約１時間から約３日間または乾燥減量が０．５重量％未満になるまで乾燥させる工程、含む方法により得られる請求項１に記載の結晶化合物。
【請求項４】
用いる溶媒が（Ｃ１からＣ６）－アルコールであり、逆溶媒が水である請求項２または３のいずれかに記載の結晶化合物。
【請求項５】
用いるアルコール溶媒がメタノール、エタノールまたは２－プロパノールである請求項４に記載の結晶化合物。
【請求項６】
用いるアルコールが２－プロパノールである請求項５に記載の結晶化合物。
【請求項７】
化合物１ｇ当たりの全溶媒系容積が約１２ｍＬ／ｇから約２０ｍＬ／ｇであり、水に対する２－プロパノール（逆溶媒に対する溶媒）の容積体容積比率が約２５％から約３５％である、請求項６に記載の結晶化合物。
【請求項８】
用いるアルコールがエタノールであり、化合物１ｇ当たりの全溶媒系容積が約１２ｍＬ／ｇから約２０ｍＬ／ｇであり、水に対するエタノール（逆溶媒に対する溶媒）の容積対容積比率が約３０％から約４０％である、請求項５に記載の結晶化合物。
【請求項９】
用いるアルコールがメタノールであり、化合物１ｇ当たりの全溶媒系容積が約１２ｍＬ／ｇから約２０ｍＬ／ｇであり、水に対するメタノール（逆溶媒に対する溶媒）の容積対容積比率が約４０％から約５０％である、請求項５に記載の結晶化合物。