

【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3月25日(2021.3.25)

【公表番号】特表2020-507618(P2020-507618A)

【公表日】令和2年3月12日(2020.3.12)

【年通号数】公開・登録公報2020-010

【出願番号】特願2019-545281(P2019-545281)

【国際特許分類】

C 0 7 D 231/12 (2006.01)

A 6 1 P 43/00 (2006.01)

A 6 1 P 9/00 (2006.01)

A 6 1 P 21/00 (2006.01)

A 6 1 K 31/415 (2006.01)

C 0 7 C 45/68 (2006.01)

C 0 7 C 49/17 (2006.01)

【F I】

C 0 7 D 231/12 C S P B

A 6 1 P 43/00 1 1 1

A 6 1 P 9/00

A 6 1 P 21/00

A 6 1 K 31/415

C 0 7 C 45/68

C 0 7 C 49/17 E

【手続補正書】

【提出日】令和3年2月12日(2021.2.12)

【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

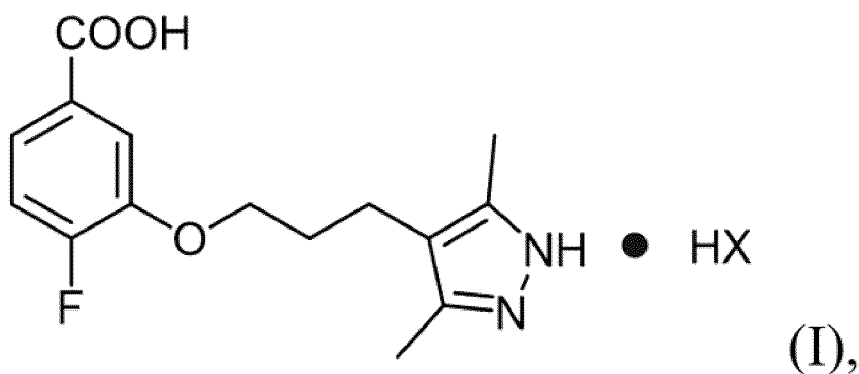
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

式 I :

【化1】



(ここで X はプロトン酸の薬学的に許容される陰イオンである) により表される薬学的に許容される塩。

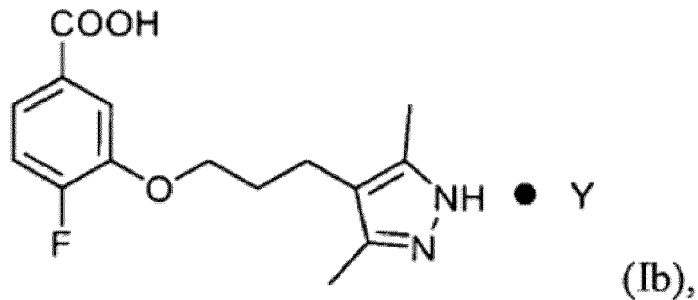
【請求項2】

前記プロトン酸の薬学的に許容される陰イオンが、塩化物イオン、臭化物イオン、硫酸イオン、トシル酸イオン、メシル酸イオン、硝酸イオンおよび酢酸イオン、並びにそれらの組み合わせから成る群より選択される、請求項 1 に記載の薬学的に許容される塩。

【請求項 3】

式 I b :

【化 2】



(ここで Y は多プロトン酸である)
により表される薬学的に許容される塩。

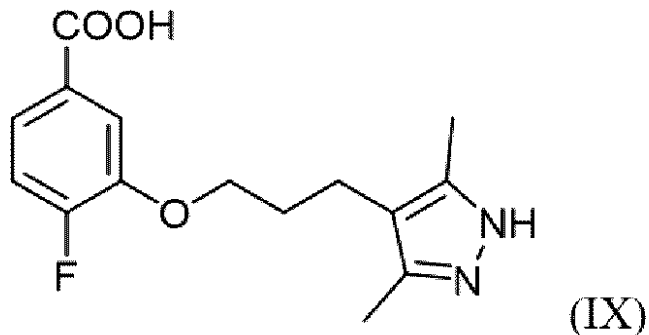
【請求項 4】

Y がエタン - 1, 2 - ジスルホン酸、硫酸、クエン酸、マレイン酸、リンゴ酸、酒石酸およびシュウ酸から成る群より選択される、請求項 3 に記載の薬学的に許容される塩。

【請求項 5】

式 IX :

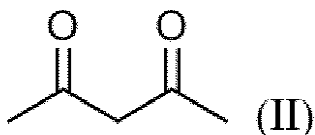
【化 3】



の化合物の調製方法であって、

(a) 式 II :

【化 4】



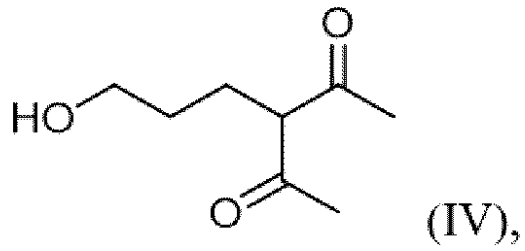
の化合物を式 III :

【化 5】



の化合物、第一の塩基および第一の有機溶媒と接触させ、式 IV :

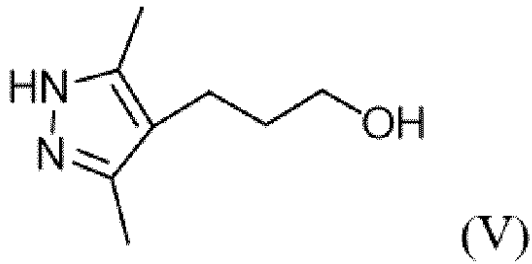
【化6】



(ここで各 R¹は独立にハロゲンまたはスルホン酸エステルである)の化合物を提供し;

(b) 式IVの化合物をヒドラジンおよび第二の有機溶媒と接触させ、式V:

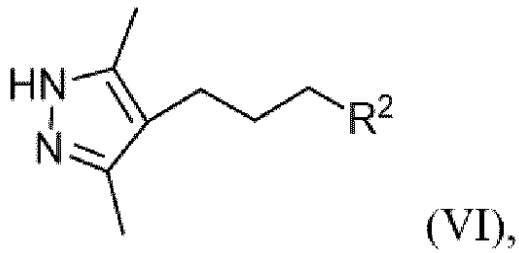
【化7】



の化合物を提供し、

(c) 式Vの化合物をスルホン化剤またはハロゲン化剤と接触させ、式VI:

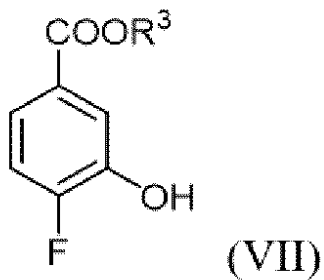
【化8】



の化合物を提供し、

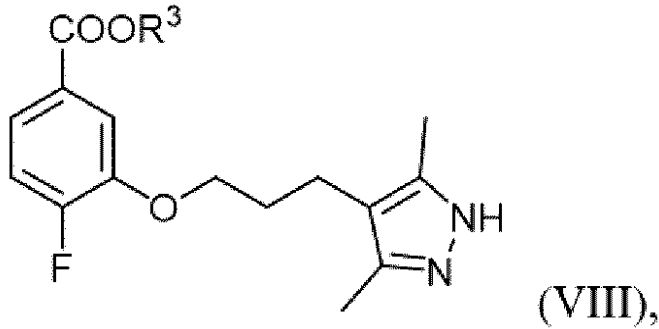
(d) 式VIの化合物を式VII:

【化9】



の化合物、第二の塩基および第三の有機溶媒と接触させ、式VIII:

【化10】



(ここでR³はC₁~C₁₂アルキル、C₂~C₁₂アルケニル、C₁~C₁₂アルキニル、C₃~C₈シクロアルキル、ヘテロシクロアルキル、アリールおよびヘテロアリールから成る群より選択され、その各々が置換されないかまたは置換される)

の化合物を提供し；そして

(e) 式VIIIの化合物を第三の塩基と接触させ、式IXの化合物を与えること、を含む、方法。

【請求項6】

(a) 各R¹が独立にクロリド、プロミド、トシレートおよびメシレートから成る群より選択され；

(b) 前記第一の塩基がアルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩またはその組み合わせであり、；

(c) 前記第一の有機溶媒が極性非プロトン性有機溶媒であり；

(d) 前記第二の有機溶媒が極性プロトン性有機溶媒であり；

(e) 前記スルホン化剤が塩化メシルまたは塩化トシルであり；

(f) 前記ハロゲン化剤がPBr₃、PCl₃、PCl₅、SOBr₂、PBr₅およびSOCl₂から成る群より選択され；

(g) R²がクロリド、プロミド、トシレートおよびメシレートから成る群より選択され；

(h) 前記第二の塩基がアルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、またはその組み合わせから成る群より選択され；

(i) 前記第三の有機溶媒が極性非プロトン性有機溶媒であり；

(j) R³がC₁₋₈アルキルであり；および/または

(k) 前記第三の塩基が金属水酸化物である、請求項5に記載の方法。

【請求項7】

前記第一の塩基がLi₂CO₃、Na₂CO₃、K₂CO₃、LiHCO₃、NaHCO₃、KHCO₃およびそれらの組み合わせから成る群より選択される、請求項6に記載の方法。

【請求項8】

前記第二の塩基がLi₂CO₃、Na₂CO₃、K₂CO₃、LiHCO₃、NaHCO₃、KHCO₃およびそれらの組み合わせから成る群より選択される、請求項6に記載の方法。

【請求項9】

前記第三の塩基がLi₂CO₃、NaOH、KOH、RbOHまたはCsOHである、請求項6に記載の方法。

【請求項10】

前記第一の有機溶媒がアセトン、酢酸エチル、ジクロロメタン、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミドおよびアセトニトリルから成る群より選択され、前記第二の有機溶媒がエタノールであり、前記第三の有機溶媒がアセトン、酢酸エチル、ジクロロメタン、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、およびアセトニトリルから成る群より選択される、請求項6に記載の方法。

【請求項11】

(a) 12.0、21.8、25.9、26.7および27.9°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末 X 線回折パターンにより特徴付けられ、

(b) 図31と実質的に一致する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられる、式 IX の結晶形 A 型であって、

他の式 IX 結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、150 付近に加熱した時0.7% ~ 1.9% の範囲の重量減少により更に特徴づけられる、式 IX の結晶形 A 型。

【請求項 1 2】

(a) 0 % 相対湿度 (RH) での予備平衡を含む動的蒸気収着循環を受けた後、25 / 80 % RH において1.6% の吸水率により特徴付けられ、

(b) 0 % 相対湿度 (RH) から90% RH までの動的蒸気収着循環を受けた後、2.5重量% 未満の増量により特徴付けられ、または

(c) 図37に示されるのと実質的に同じ動的蒸気収着プロファイルを有することにより特徴づけられる、式 IX の結晶形 A 型。

【請求項 1 3】

211 ~ 214 および237 ~ 239 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、請求項 7 または 8 に記載の式 IX の結晶形 A 型。

【請求項 1 4】

(a) 12.1、13.9、19.8、23.3および24.4°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図40と実質的に一致する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられる、式 IX の結晶形 B 型であって、

他の式 IX 結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、150 付近に加熱した時0.6% ~ 2.0% の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または161.4 、232.2 および262.3 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式 IX の結晶形 B 型。

【請求項 1 5】

(a) 11.9、14.0、15.1および25.8°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図46と実質的に一致する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられる、式 IX の結晶形 E 型であって、

他の式 IX 結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、150 付近に加熱した時0.5% ~ 2.5% の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または182.0 および242.7 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式 IX の結晶形 E 型。

【請求項 1 6】

(a) 12.5、17.3、23.4、25.0および25.4°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図55と実質的に一致する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられる、式 IX の結晶形 I 型であって、

式 IX の結晶形 I 型は、他の式 IX 結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、120 付近に加熱した時2.5% ~ 3.5% の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または62.0 、158.4 および215.7 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式 IX の結晶形 I 型。

【請求項 1 7】

(a) 11.9、12.3、21.7、23.3および25.8°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図51と実質的に一致する粉末 X 線回折パターンにより特徴づけられる、式 IX の結晶形 H 型であって、

他の式 IX 結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、15

0 付近に加熱した時3.5% ~ 5.5%の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または90.4、200.5 および232.3 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式IXの結晶形H型。

【請求項18】

(a) 13.8、14.7、22.9、26.2および27.7°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末X線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図59と実質的に一致する粉末X線回折パターンにより特徴づけられる、式IXの結晶形J型であって、

他の式IX結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、120 付近に加熱した時17.5% ~ 24%の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または120.8、197.8 および221.5 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式IXの結晶形J型。

【請求項19】

(a) 7.2、7.6、9.9、14.0および19.3°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末X線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図59と実質的に一致する粉末X線回折パターンにより特徴づけられる、式IXの結晶形K型であって、

式IXの結晶形K型は、他の式IXの結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、120 付近に加熱した時5.0% ~ 7.0%の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または159.3、176.2 および278.4 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式IXの結晶形K型。

【請求項20】

(a) 14.6、16.8、19.5、20.7および22.5°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末X線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図43と実質的に一致する粉末X線回折パターンにより特徴づけられる、式IXの結晶形C型であって、

他の式IXの結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、150 付近に加熱した時2.0% ~ 4.0%の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または91.2 および173.0 の付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式IXの結晶形C型。

【請求項21】

(a) 12.3、13.2、13.4、17.8および26.6°2 (±0.2°2) にピークを有する粉末X線回折パターンにより特徴づけられ、

(b) 図43と実質的に一致する粉末X線回折パターンにより特徴づけられる、式IXの結晶形G型であって、

他の式IXの結晶形または非晶質形を実質的に含まず、熱重量分析により測定した時に、200 付近に加熱した時1.7% ~ 2.7%の範囲の重量減少により更に特徴づけられ、または231.1 付近に吸熱ピークを含む示差走査熱量測定サーモグラムにより更に特徴づけられる、式IXの結晶形G型。