

【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1年12月26日(2019.12.26)

【公表番号】特表2018-531973(P2018-531973A)

【公表日】平成30年11月1日(2018.11.1)

【年通号数】公開・登録公報2018-042

【出願番号】特願2018-521949(P2018-521949)

【国際特許分類】

C 07 H	15/256	(2006.01)
A 23 L	27/00	(2016.01)
A 23 L	2/60	(2006.01)
A 23 F	3/16	(2006.01)
A 23 F	5/24	(2006.01)
A 23 L	2/38	(2006.01)
A 61 K	47/26	(2006.01)
A 61 K	47/38	(2006.01)
A 61 K	47/36	(2006.01)
A 61 K	47/42	(2017.01)
A 61 K	9/14	(2006.01)
A 61 K	9/10	(2006.01)
A 61 K	47/10	(2006.01)
A 61 K	47/14	(2006.01)
C 12 P	17/06	(2006.01)
C 12 P	19/44	(2006.01)

【F I】

C 07 H	15/256	C S P
A 23 L	27/00	1 0 1 A
A 23 L	27/00	1 0 1 Z
A 23 L	27/00	1 0 1 B
A 23 L	27/00	E
A 23 L	2/00	C
A 23 F	3/16	
A 23 F	5/24	
A 23 L	2/38	P
A 61 K	47/26	
A 61 K	47/38	
A 61 K	47/36	
A 61 K	47/42	
A 61 K	9/14	
A 61 K	9/10	
A 61 K	47/10	
A 61 K	47/14	
C 12 P	17/06	
C 12 P	19/44	

【手続補正書】

【提出日】令和1年11月15日(2019.11.15)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 1 0 3

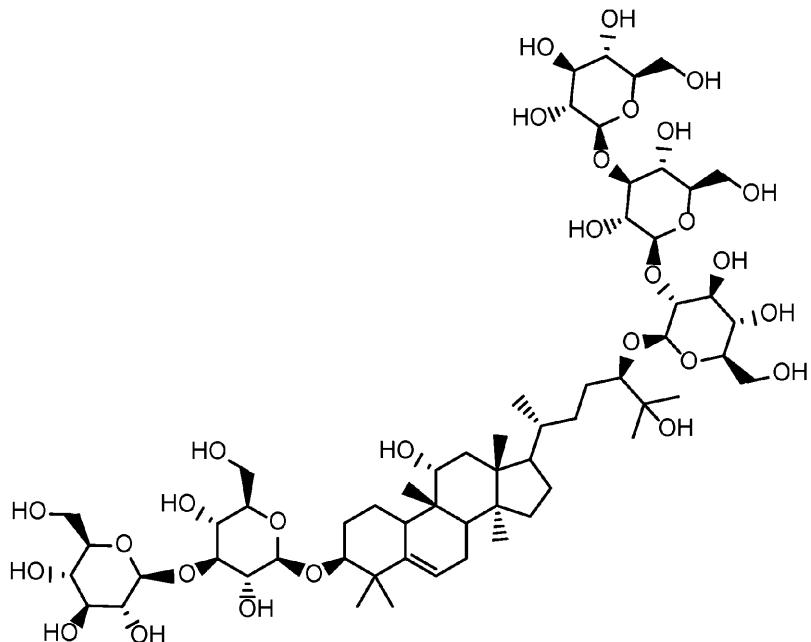
【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0 1 0 3】

上述の化合物、組成物、製品、方法または濃縮物のいくつかの実施形態では、化合物は
、以下の構造：

【化 6 1】



を有するか、またはその塩である。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 1 0 4

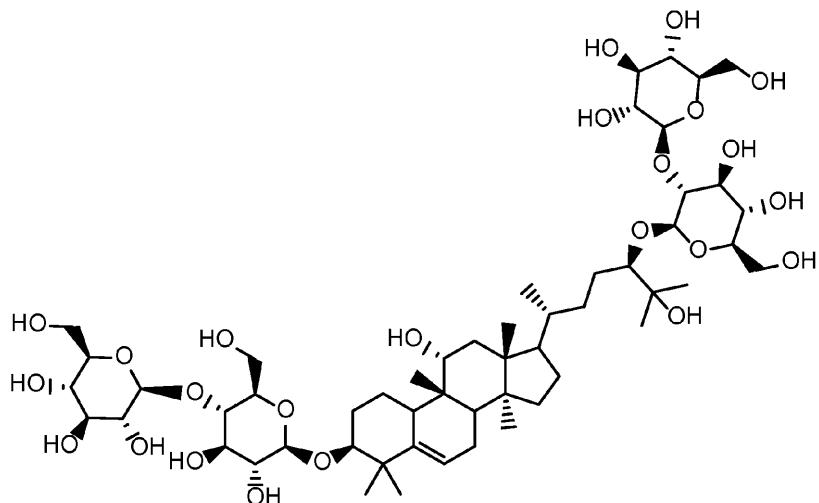
【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0 1 0 4】

上述の化合物、組成物、製品、方法または濃縮物のいくつかの実施形態では、化合物は
、以下の構造：

【化 6 2】



を有するか、またはその塩である。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 5

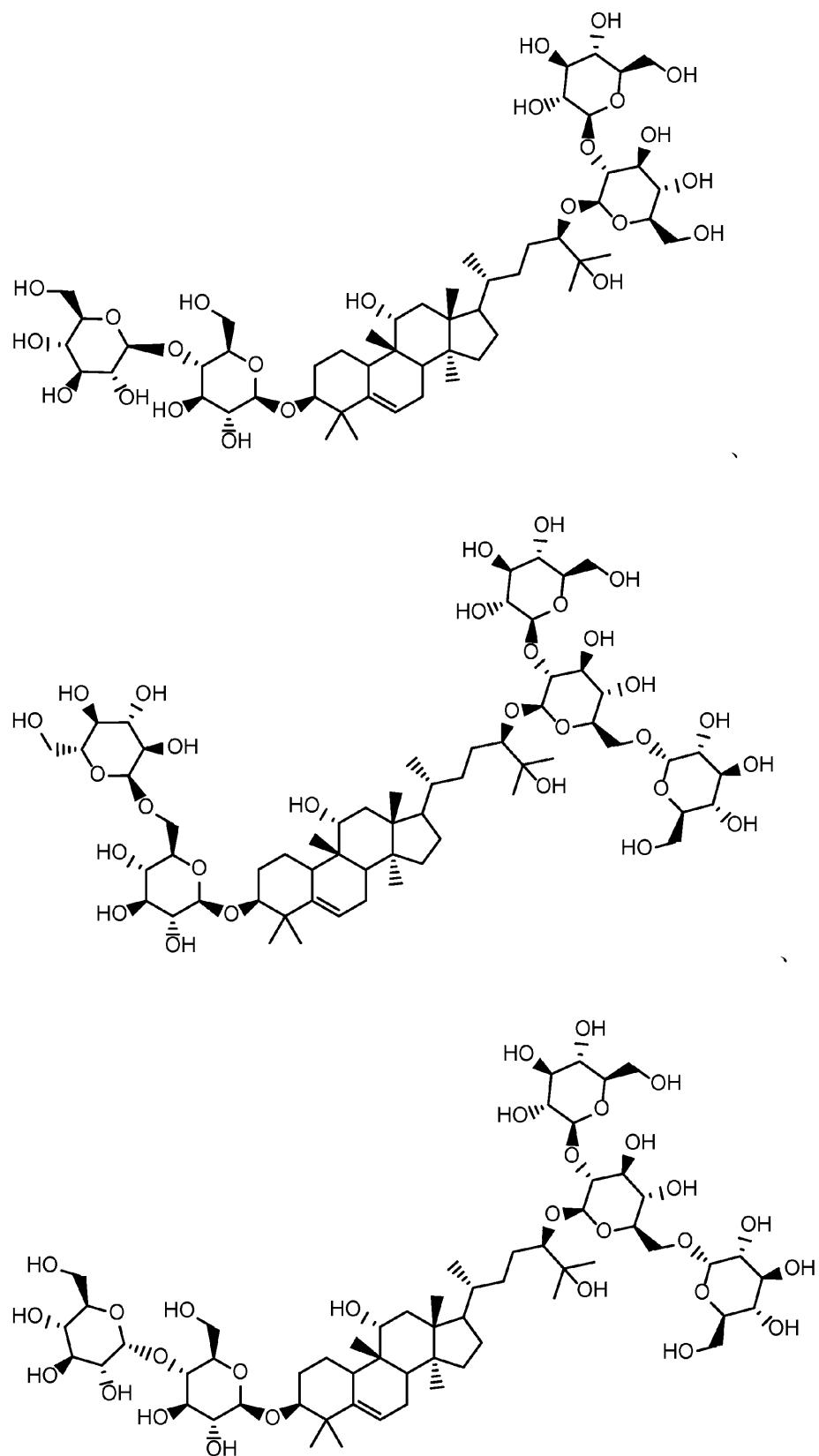
【補正方法】変更

【補正の内容】

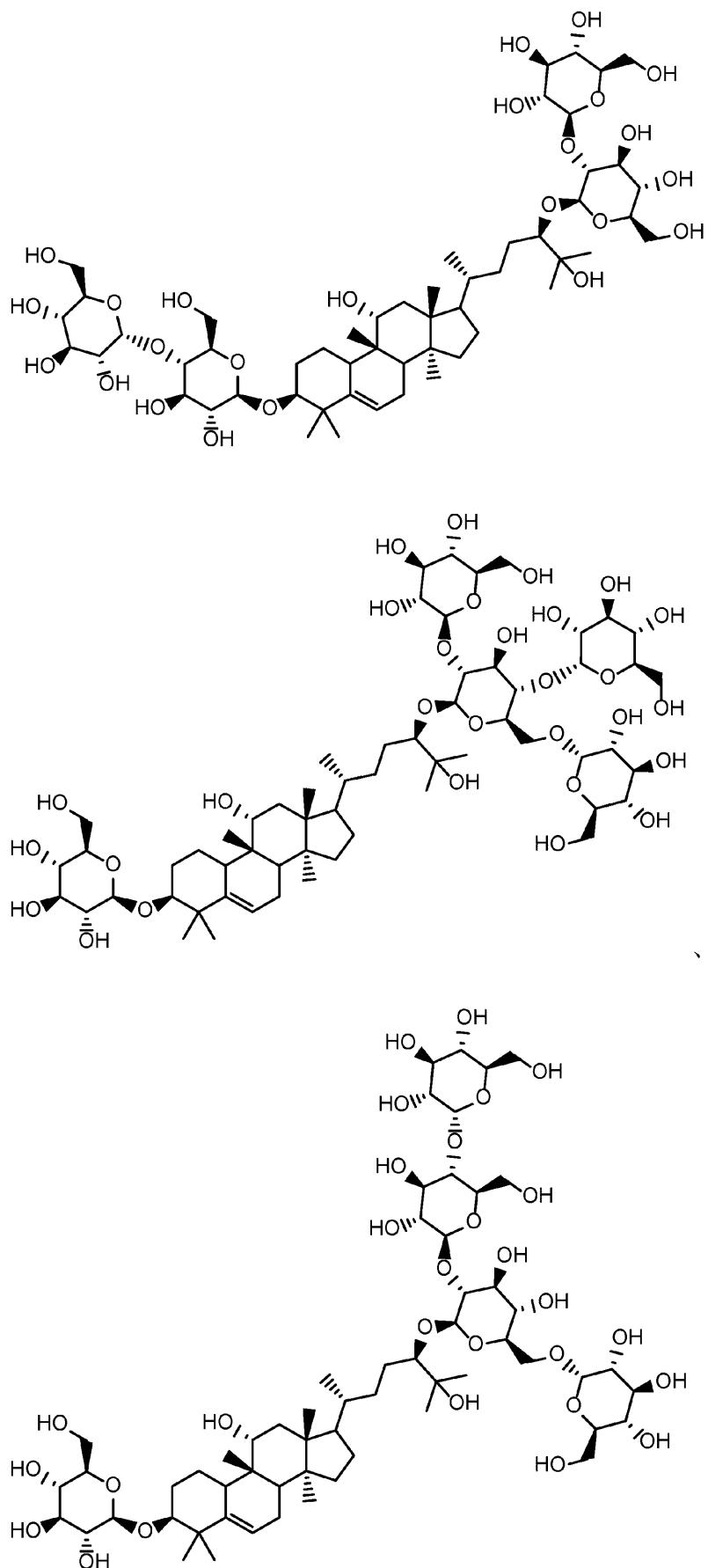
【0 1 0 5】

上述の化合物、組成物、製品、方法または濃縮物のいくつかの実施形態では、化合物は
、以下の構造：

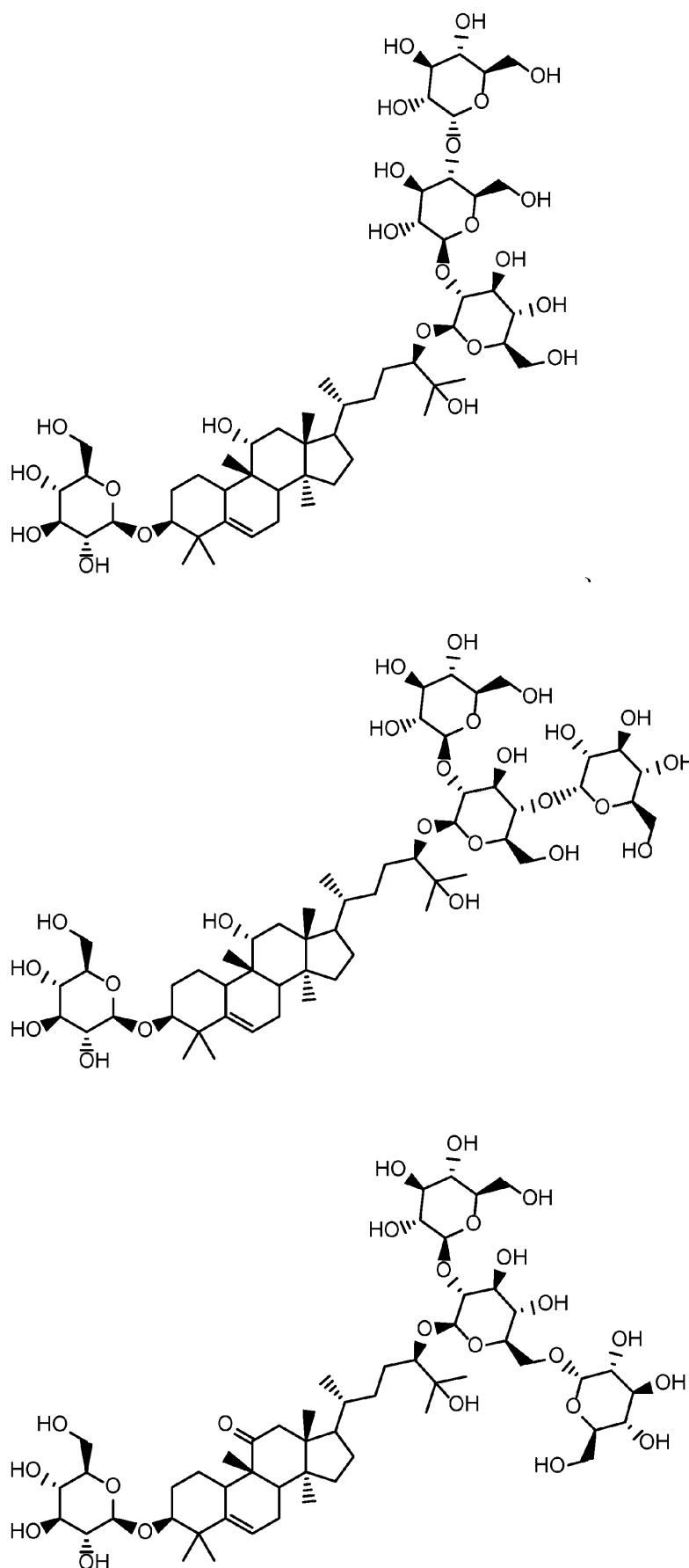
【化 6 3】



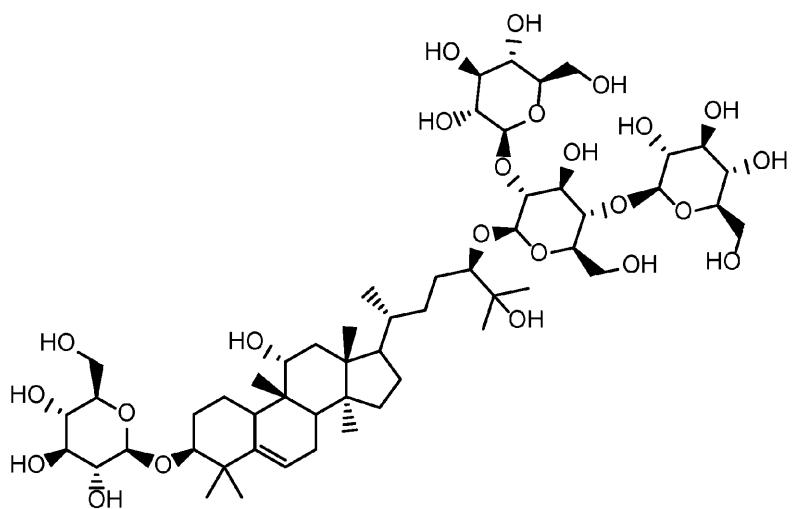
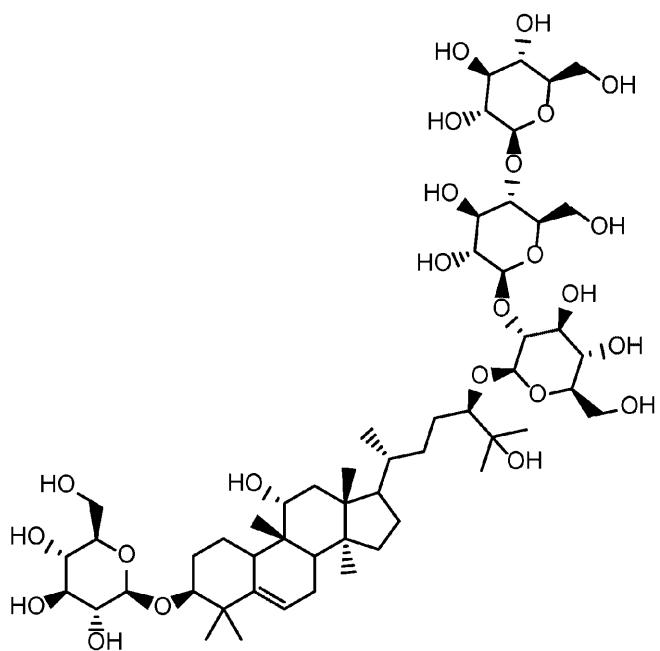
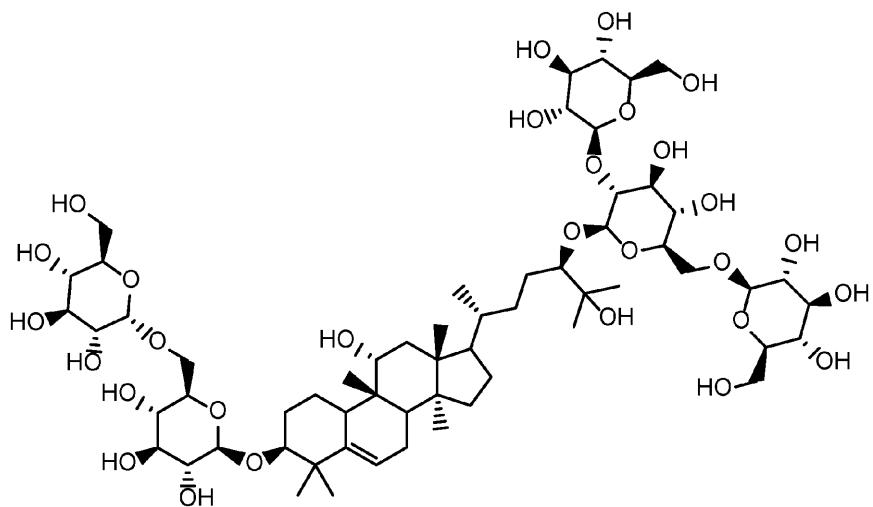
【化 6 4】



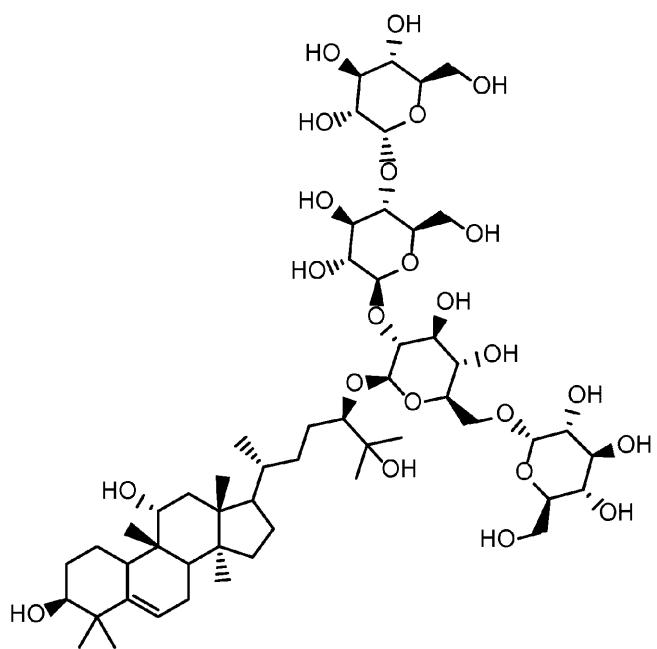
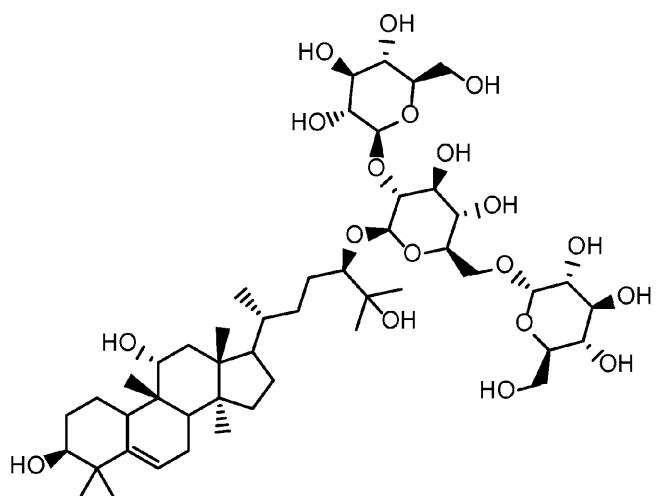
【化 6 5】



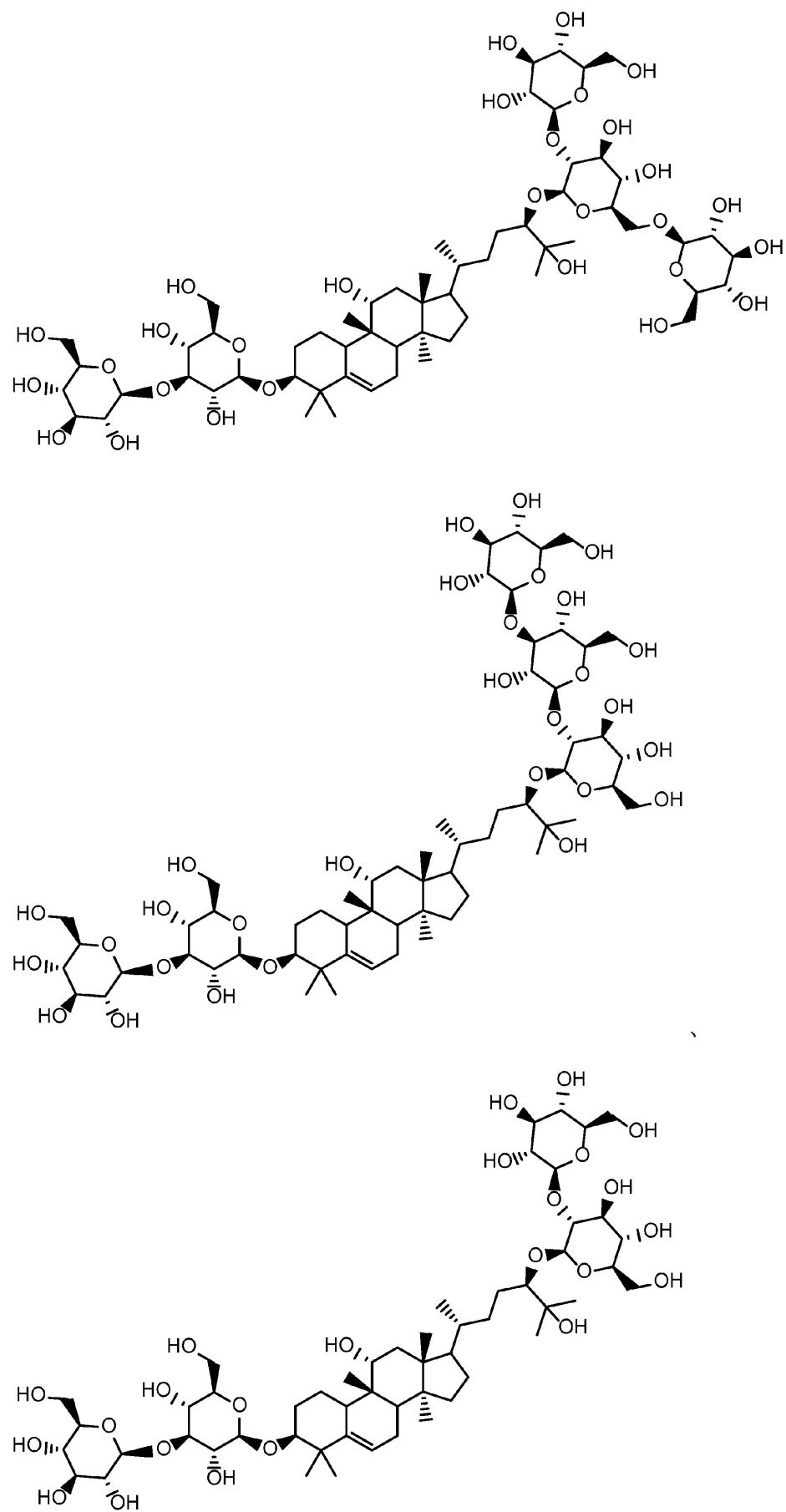
【化 6 6】



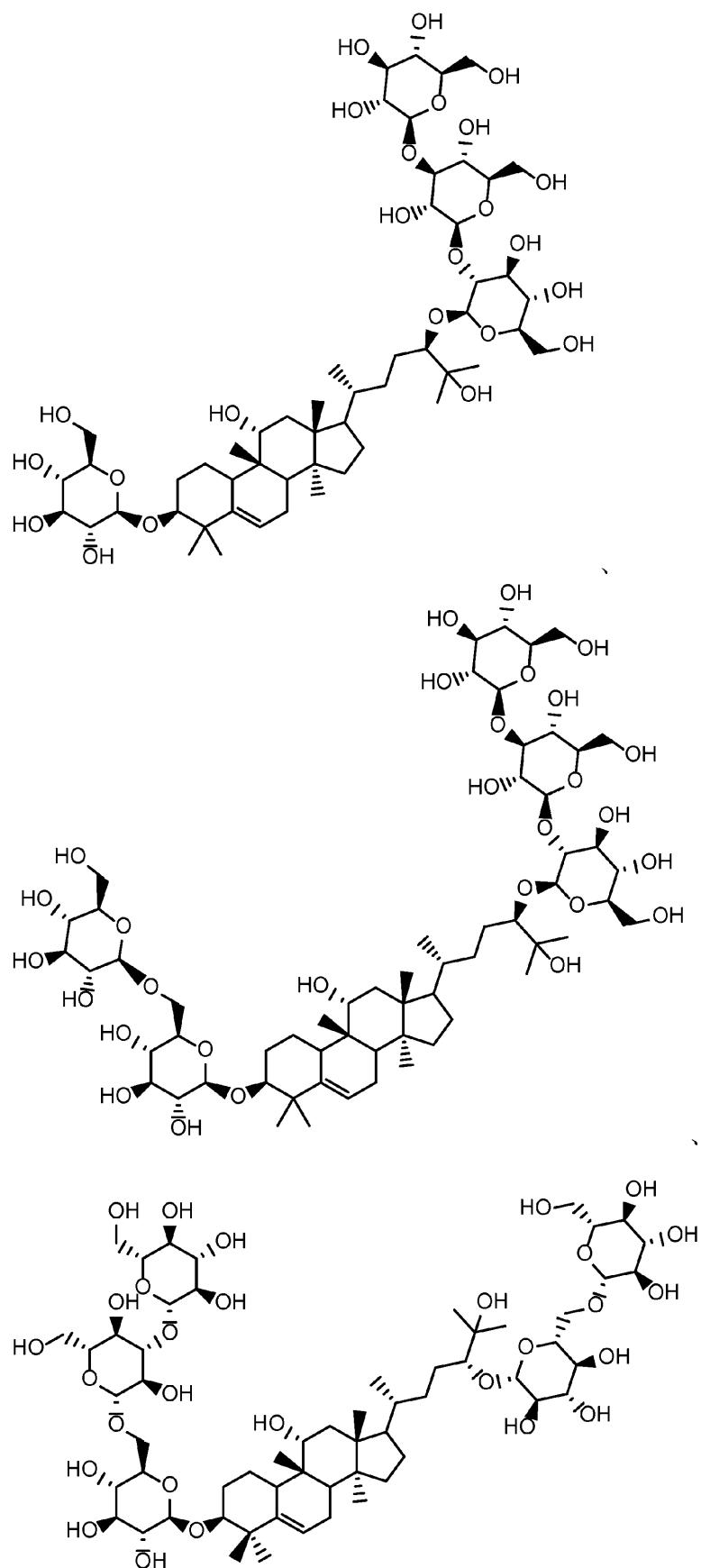
【化 6 7】



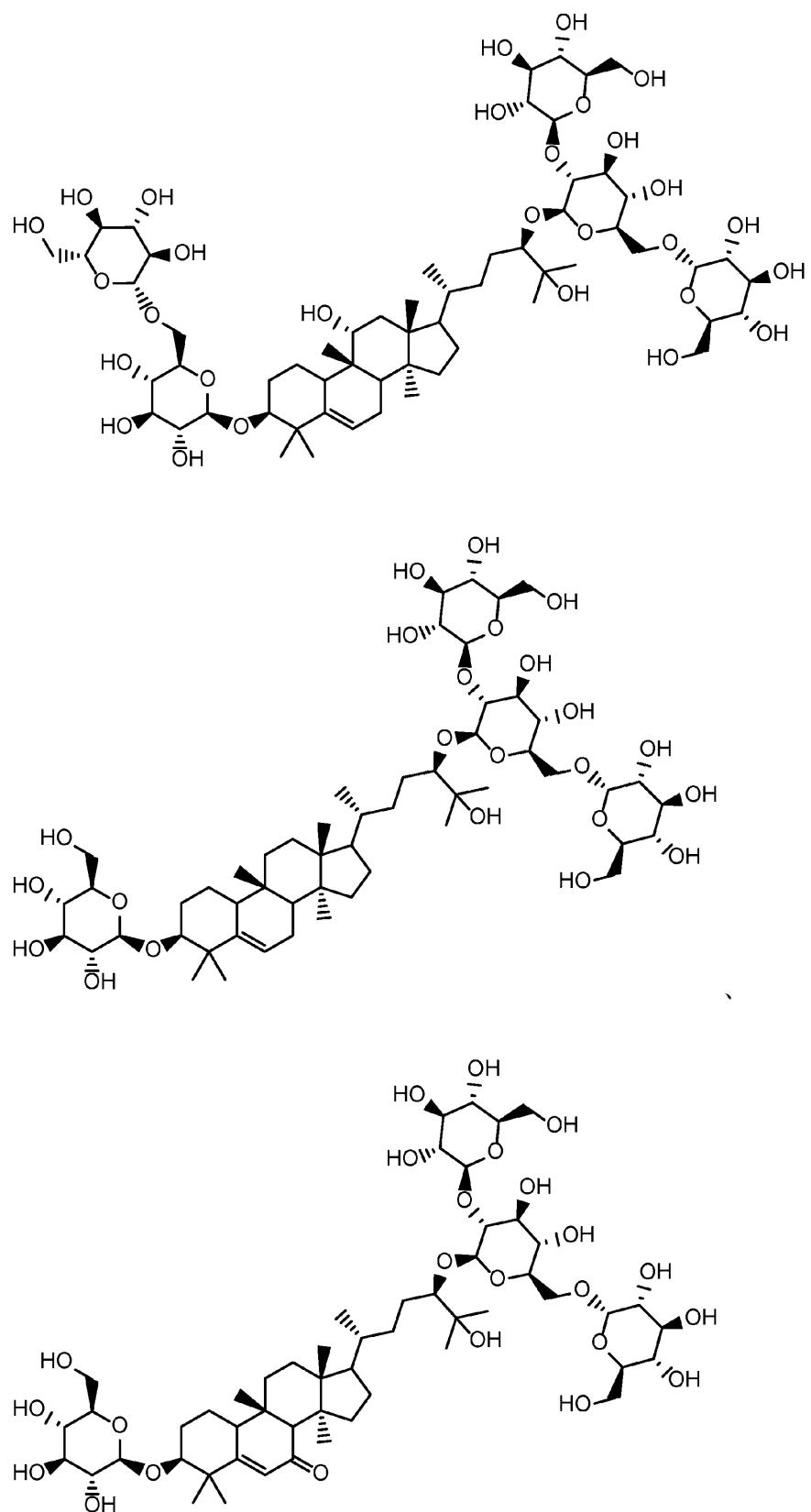
【化 6 8】



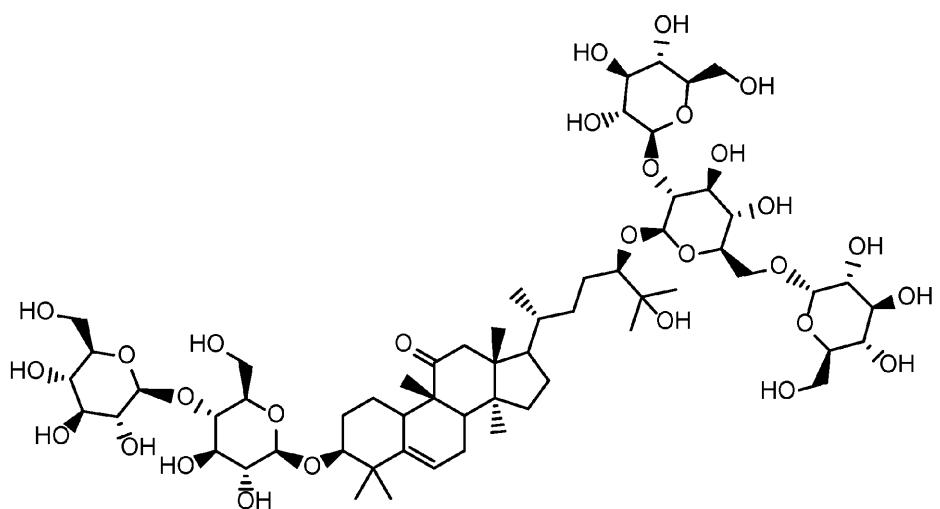
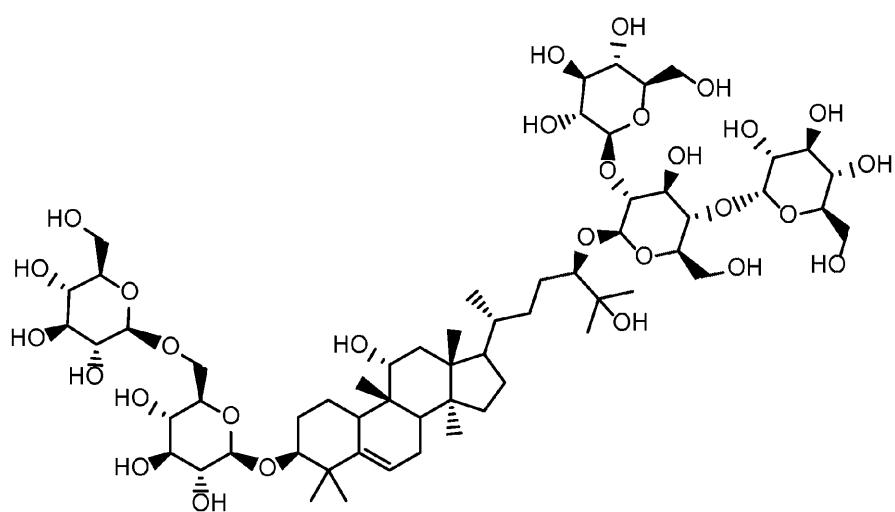
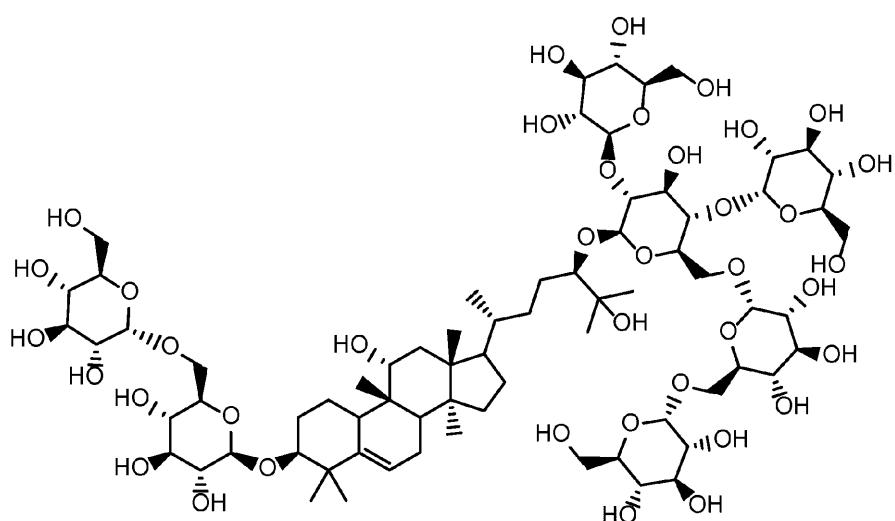
【化 6 9】



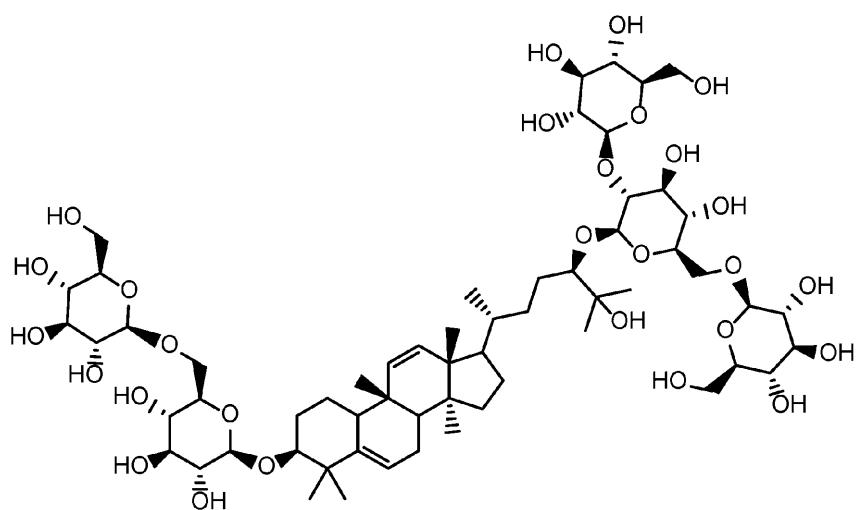
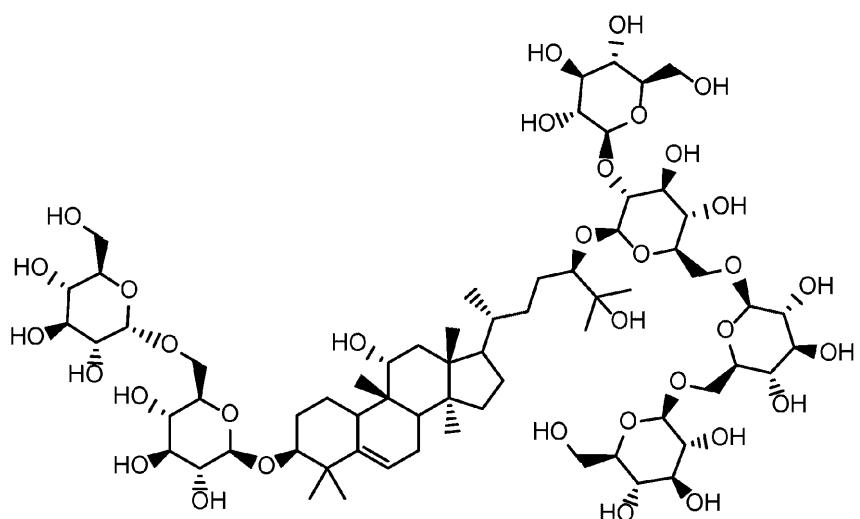
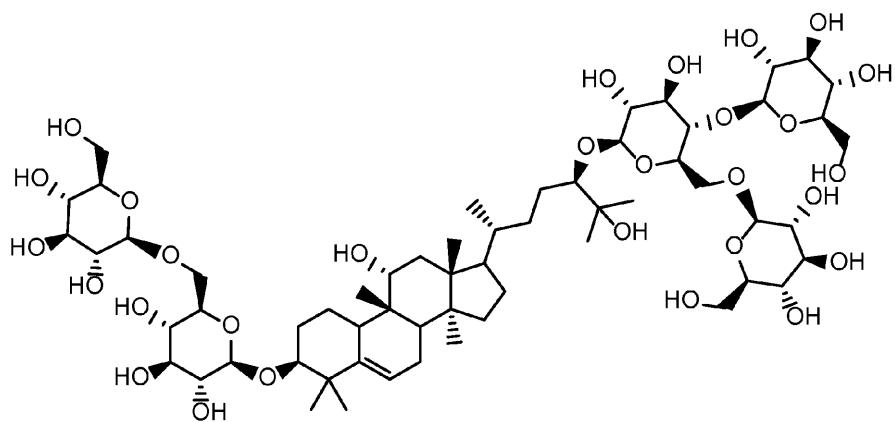
【化 7 0】



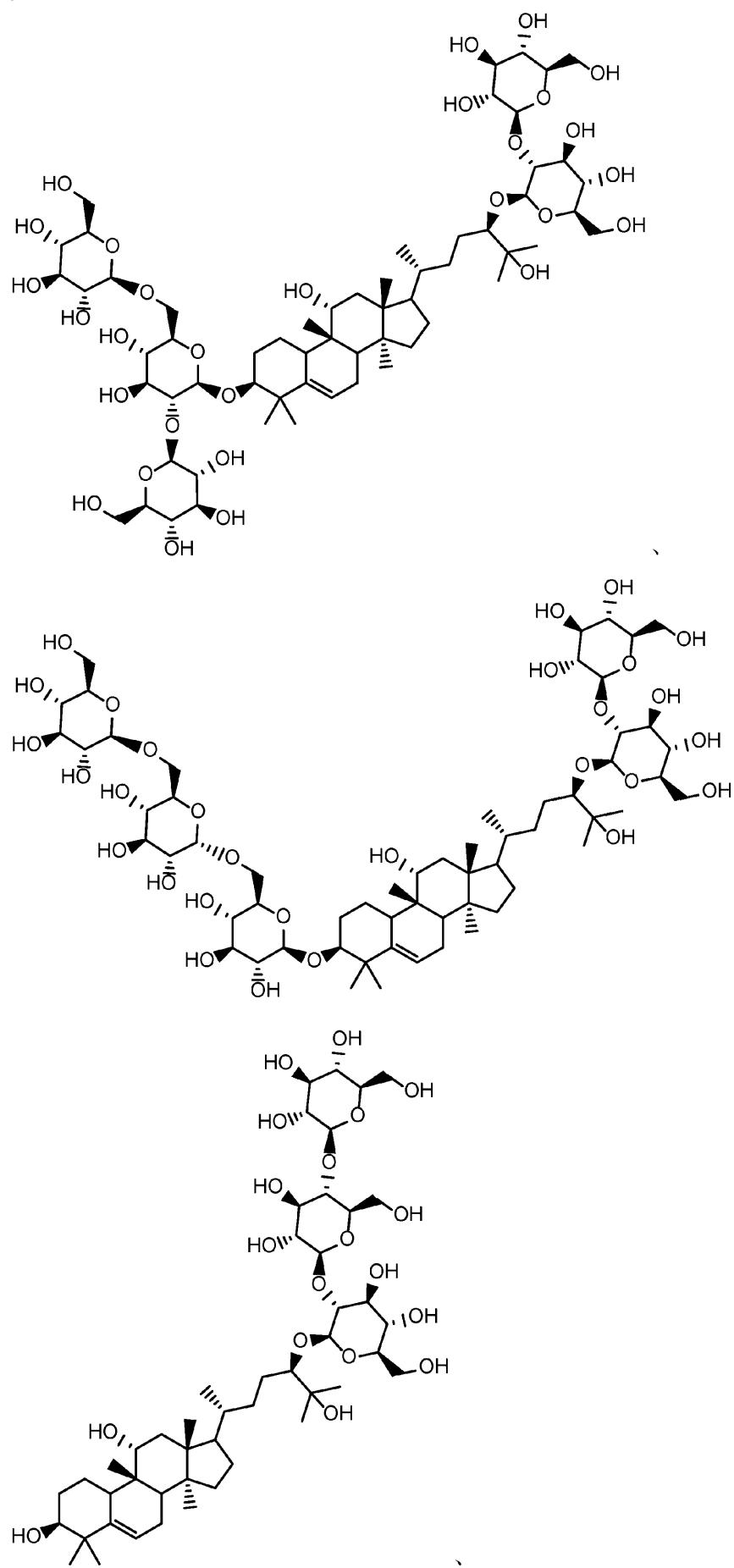
【化 7 1】



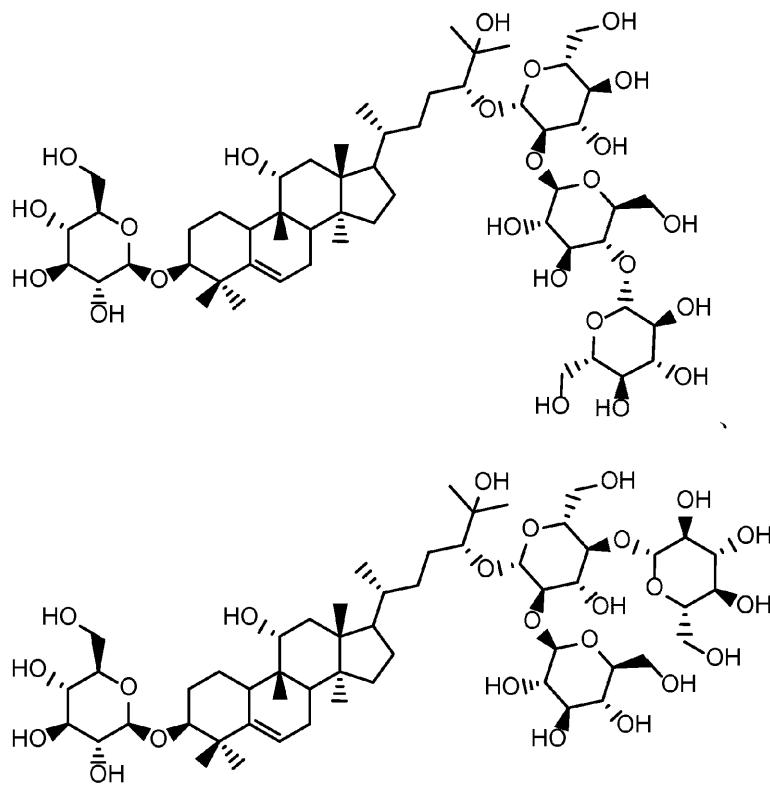
【化 7 2】



【化 7 3】

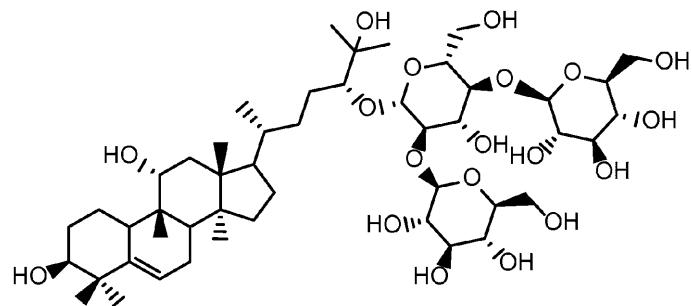


【化74】



および

【化75】



を有するか、またはその塩である。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0106

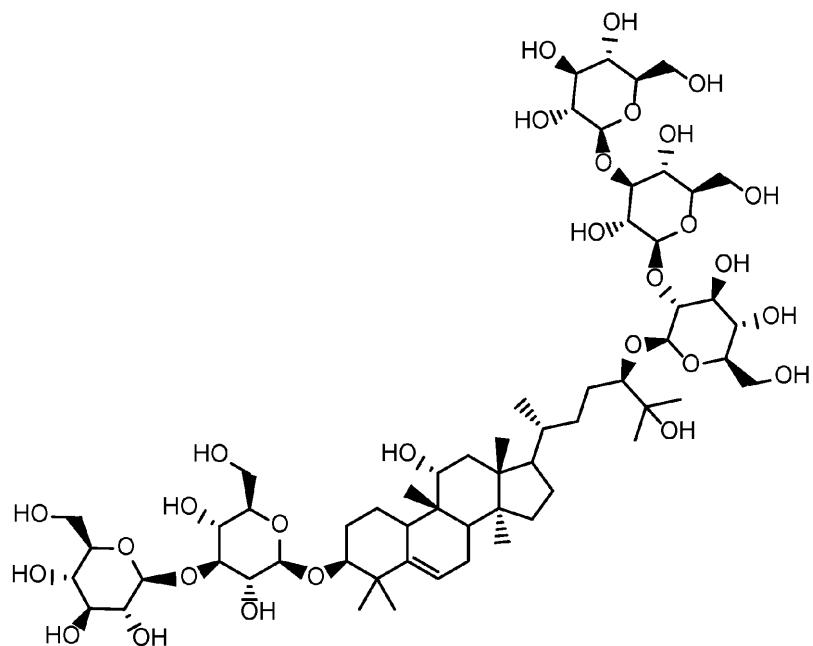
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0106】

いくつかの実施形態は、以下の構造：

【化76】



を有する化合物を製造する方法であって、モグロシド I I I E をグルコーストランスフェラーゼ酵素 U G T 7 6 G 1 で処理することを含む方法を提供する。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 7

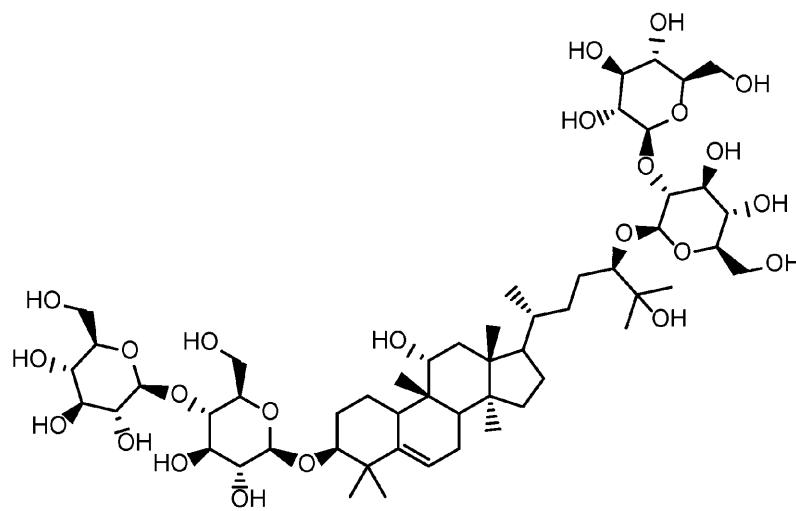
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 0 7】

いくつかの実施形態は、化合物1：

【化77】



(1)

の構造を有する化合物を製造する方法であって、S i r a i t i a g r o s v e n o r i i の抽出物を H P L C カラムで分画することと、化合物1を含む溶出画分を回収することとを含む、方法を提供する。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 5 5

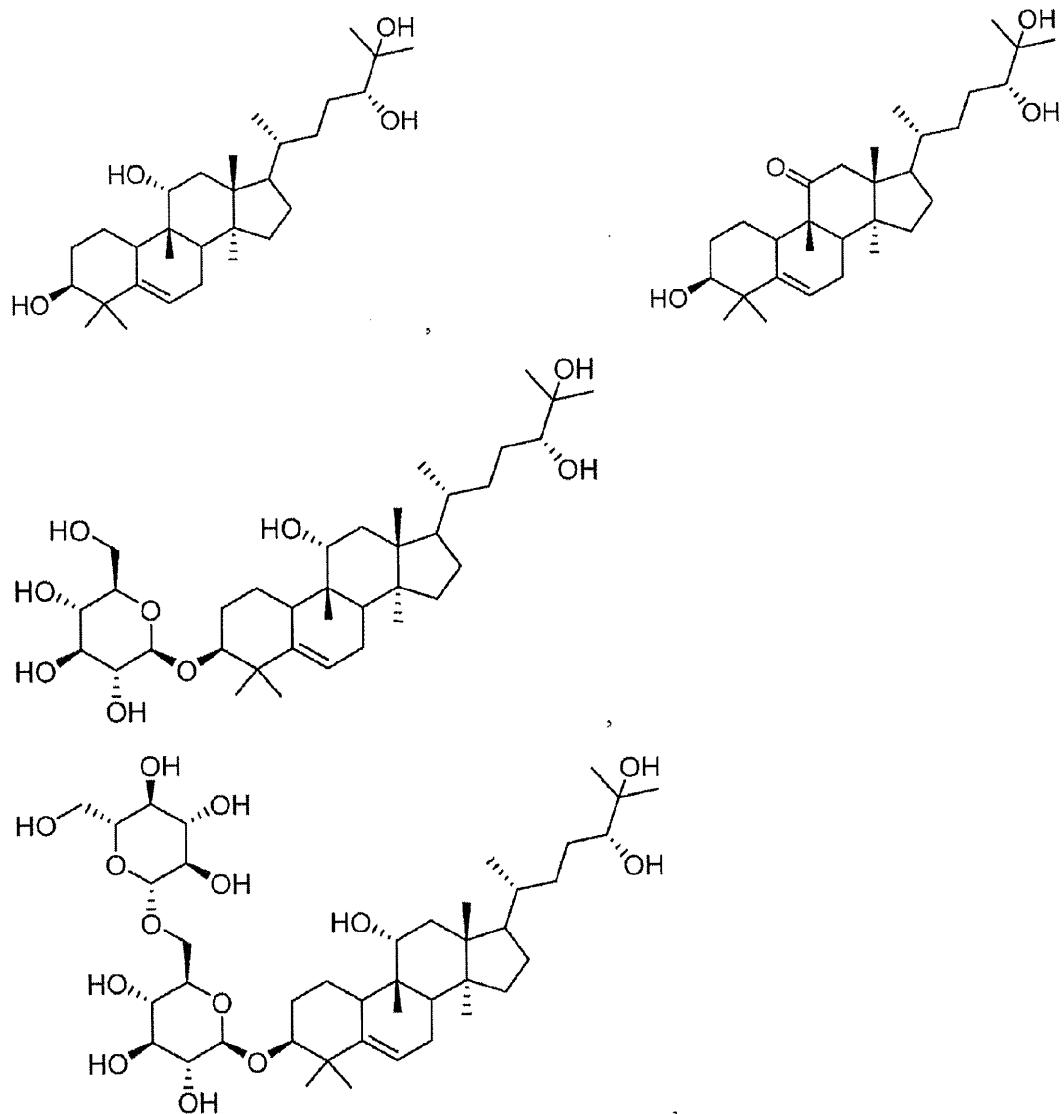
【補正方法】変更

【補正の内容】

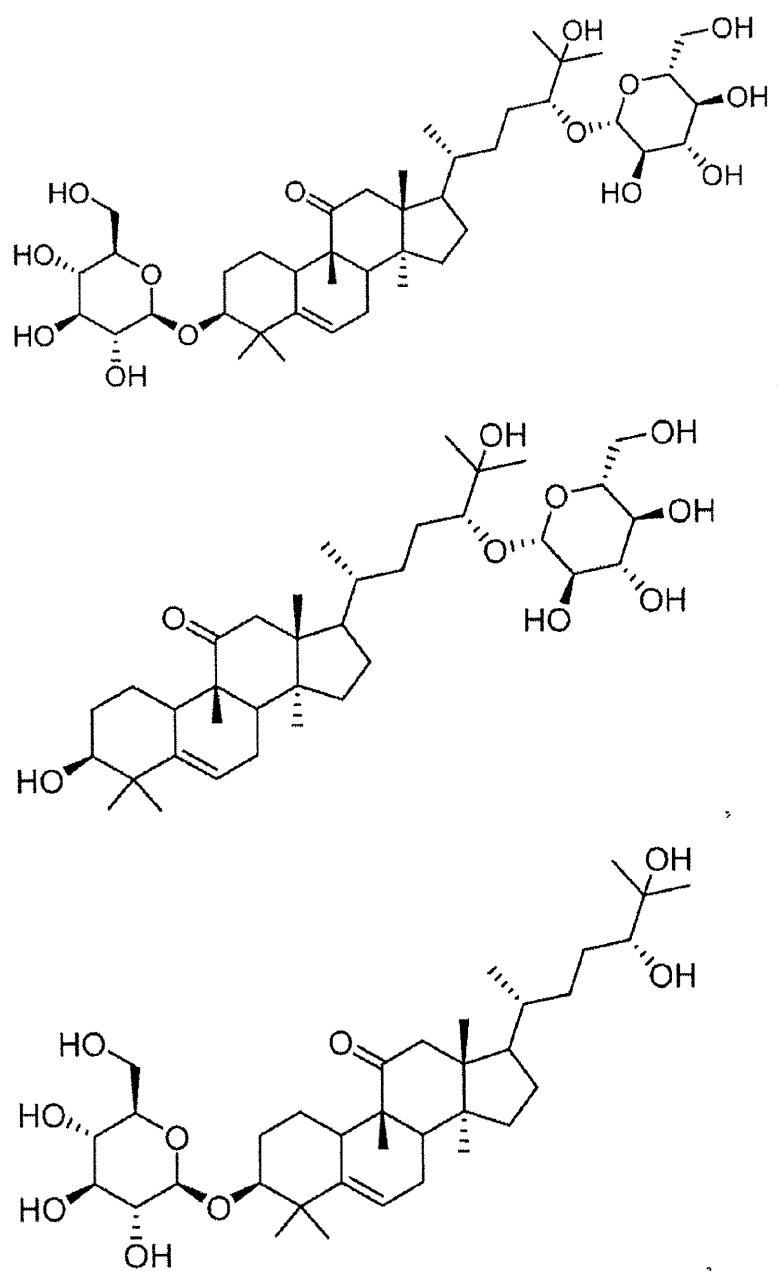
【0 1 5 5】

いくつかの実施形態は、比較的高い含有量の本明細書に記載の1つ以上の化合物（例えば、化合物1～35などの式(I)の化合物）を含む組成物を提供する。例えば、本明細書に記載の製造方法を用いて本明細書に記載の化合物を製造する場合、所望の化合物を豊富に含むが、他の化合物も含む組成物が生成してもよい。種々の実施形態では、上述の組成物は、50重量%、55重量%、60重量%、65重量%、70重量%、75重量%、80重量%、85重量%、90重量%、95重量%、98重量%または99重量%より多い所望の化合物を含む。いくつかの実施形態では、上述の組成物は、式(I)の1つ以上のさらなる化合物を含む。いくつかの実施形態では、上述の組成物は、

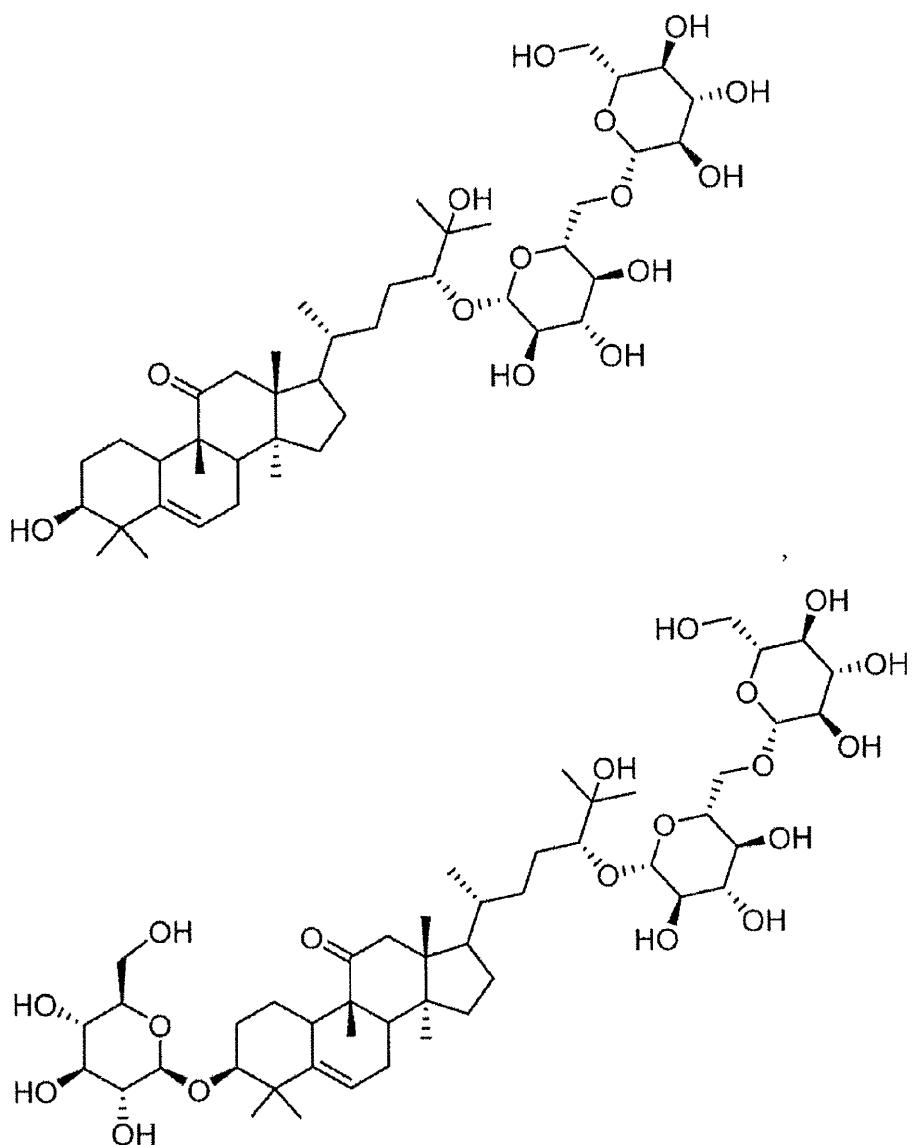
【化116】



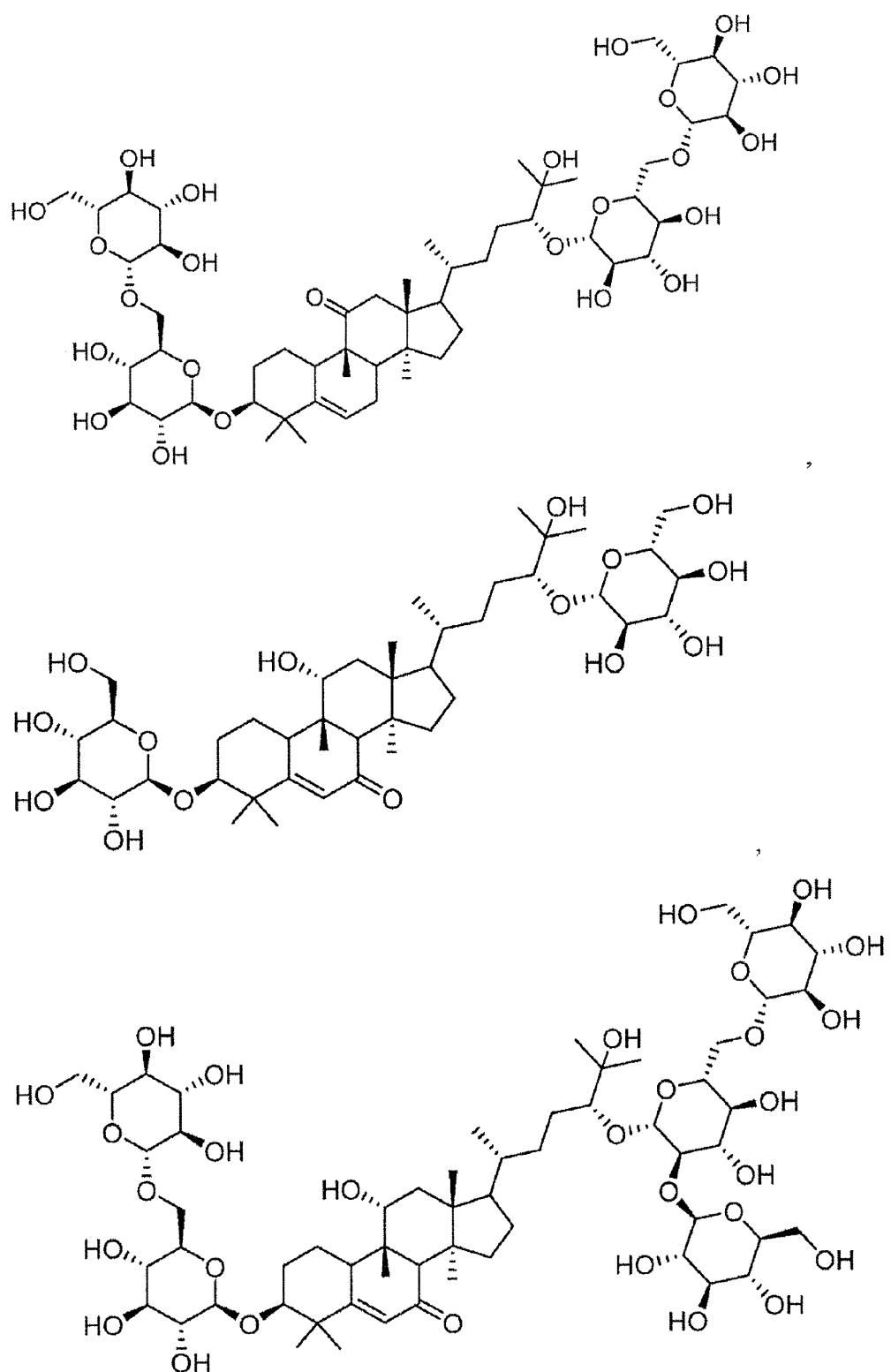
【化 1 1 7】



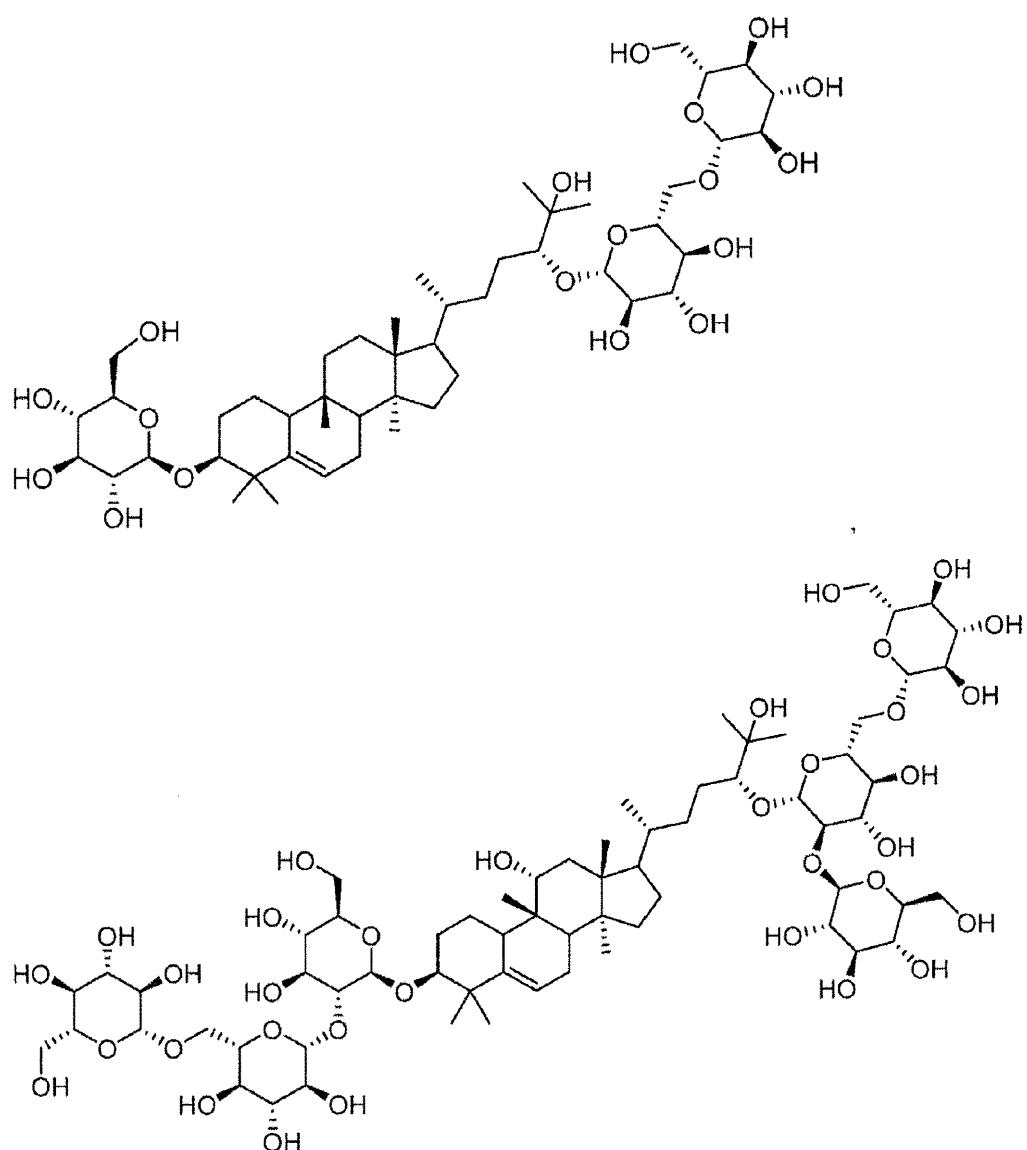
【化 118】



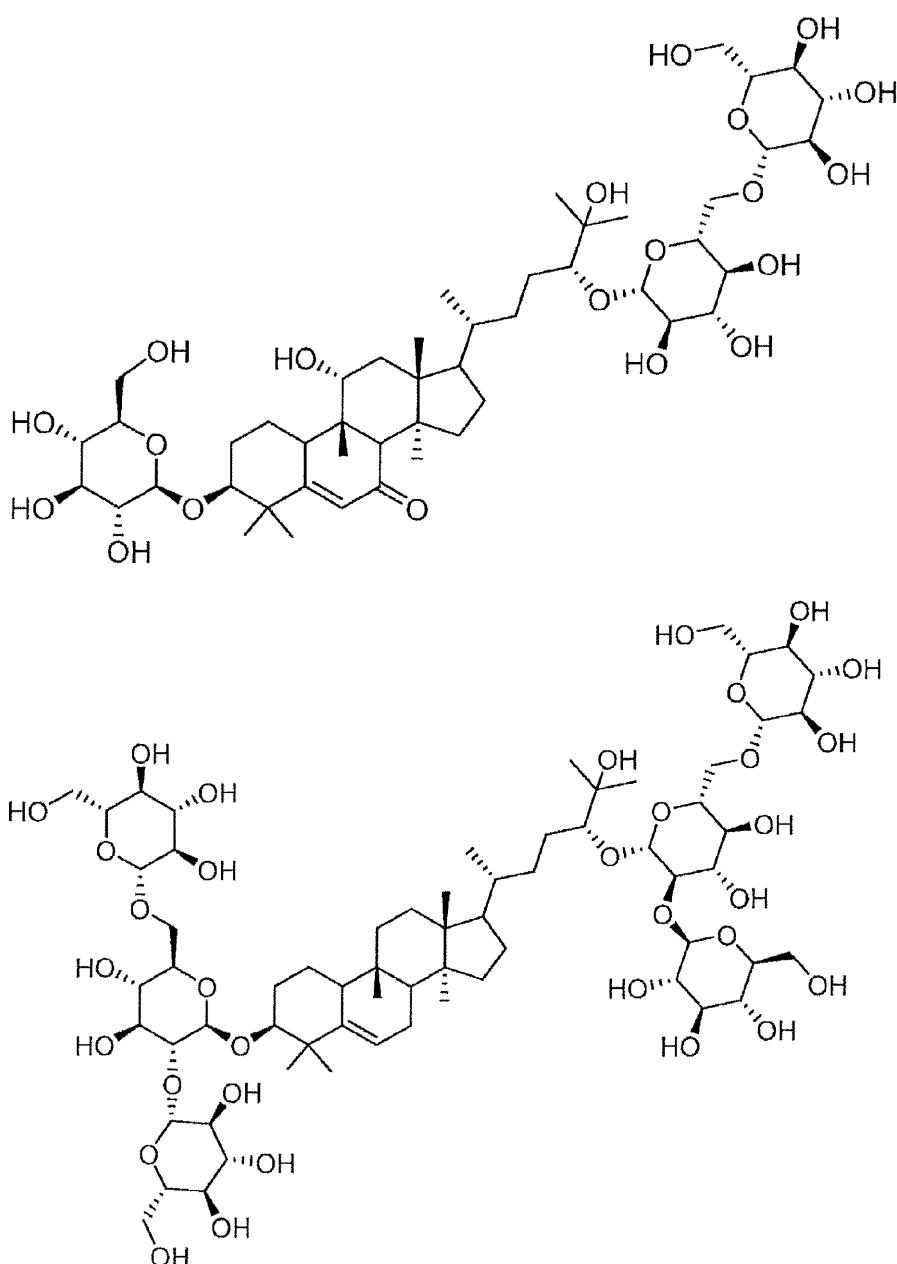
【化 119】



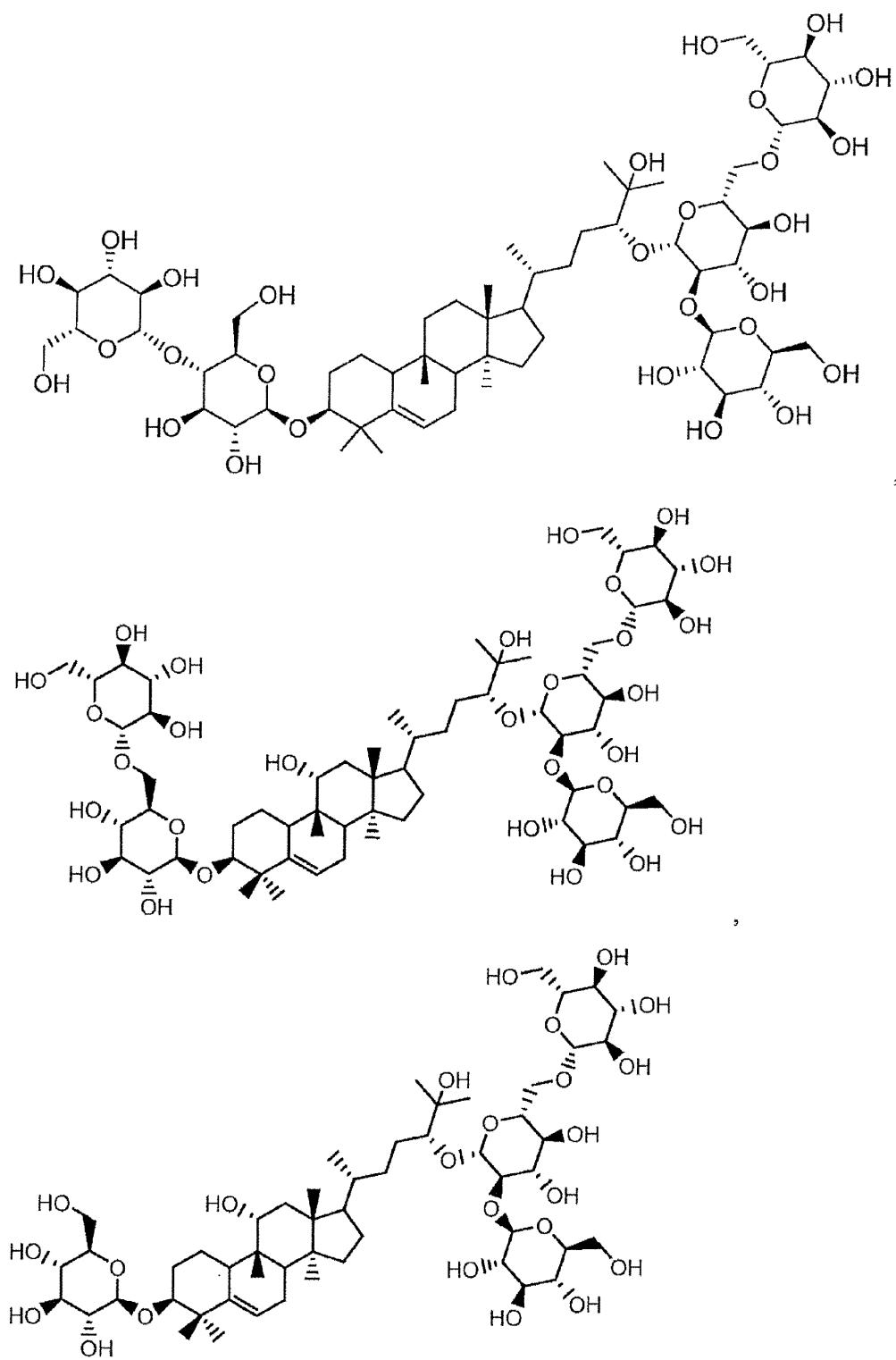
【化 1 2 0】



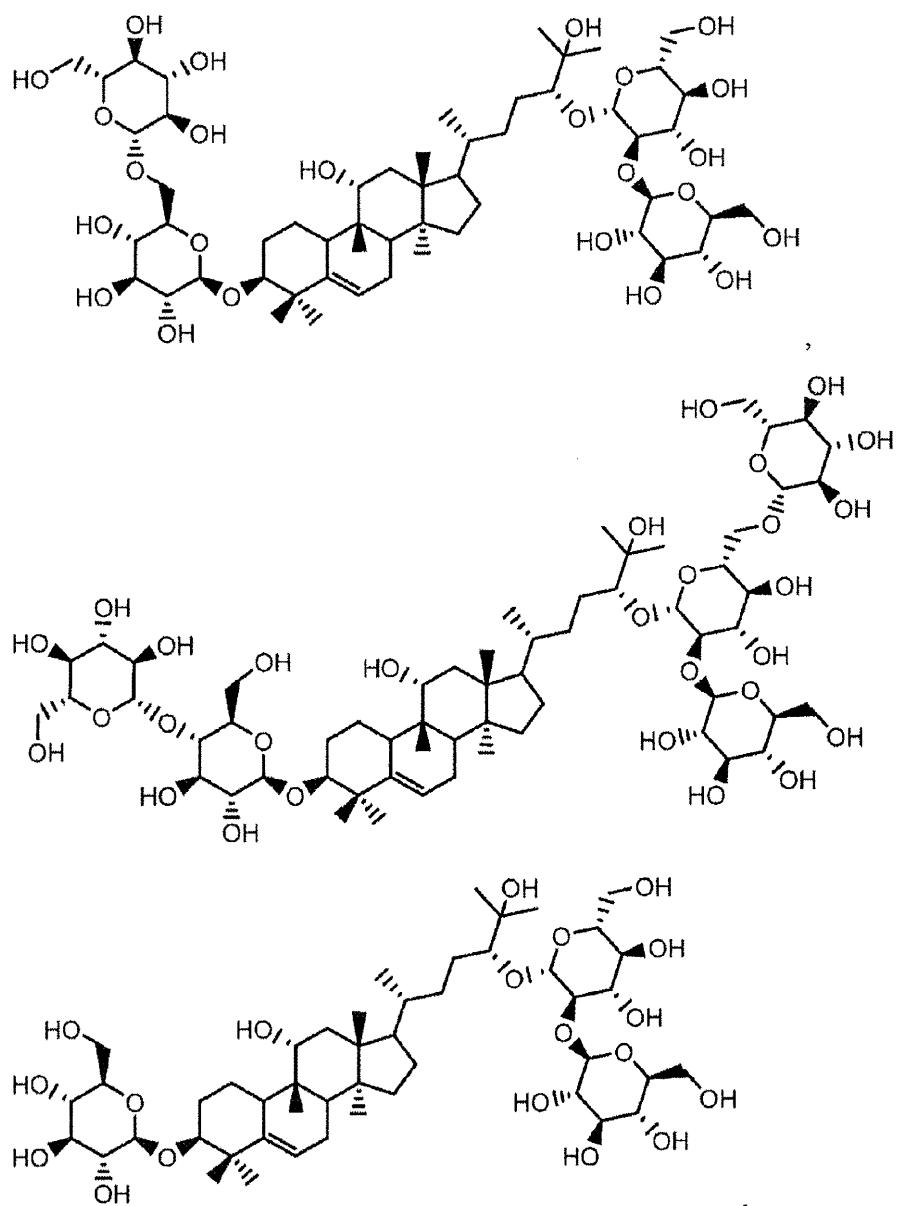
【化 1 2 1】



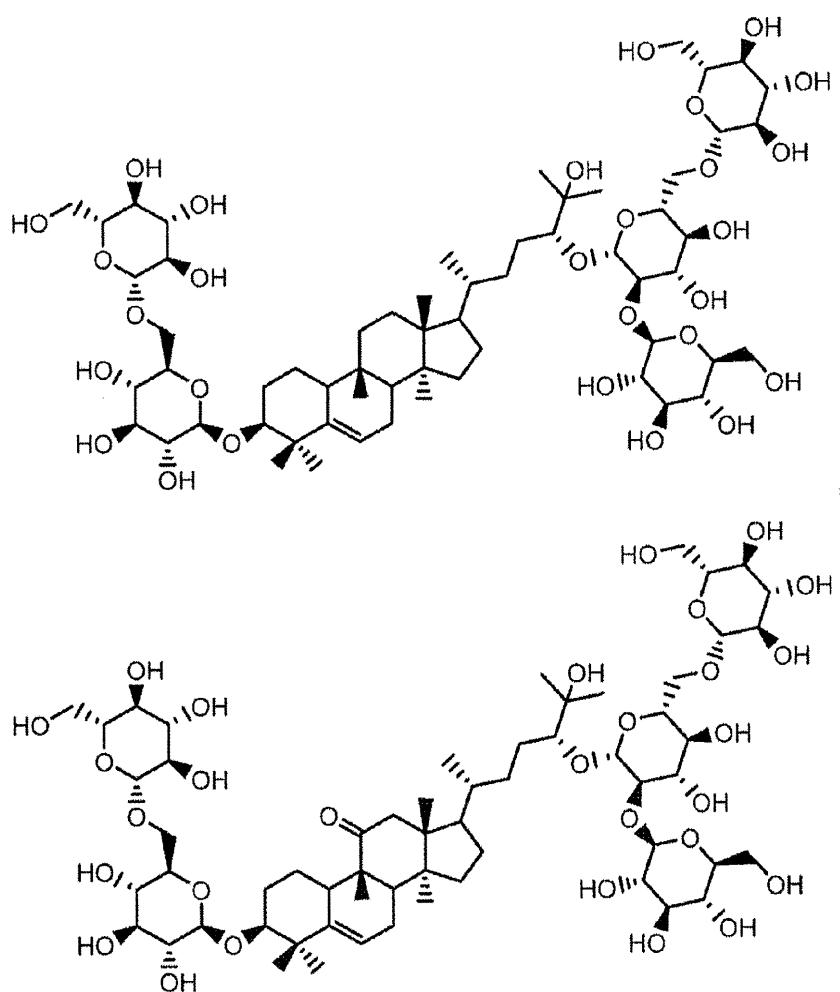
【化 1 2 2】



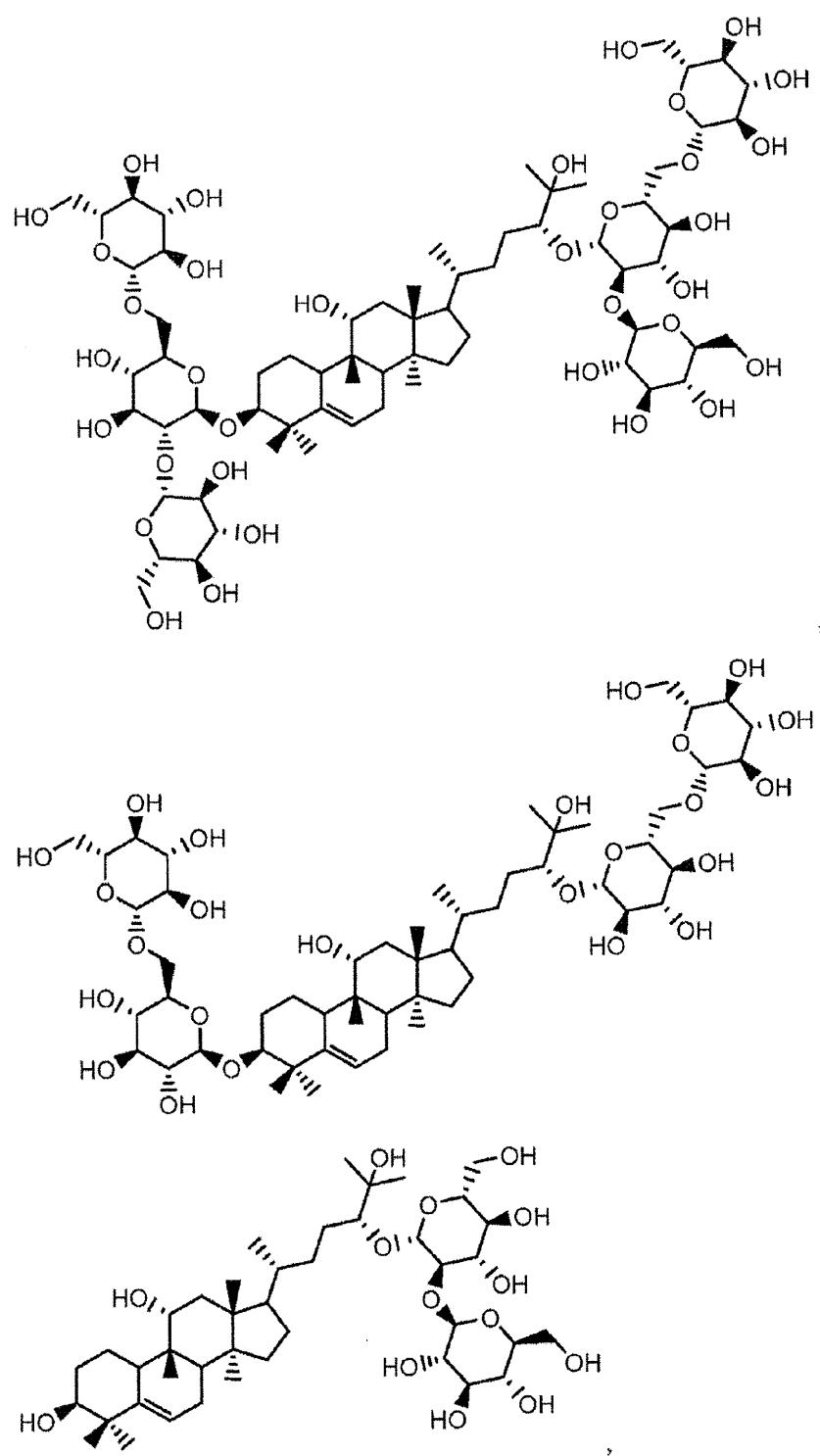
【化 1 2 3】



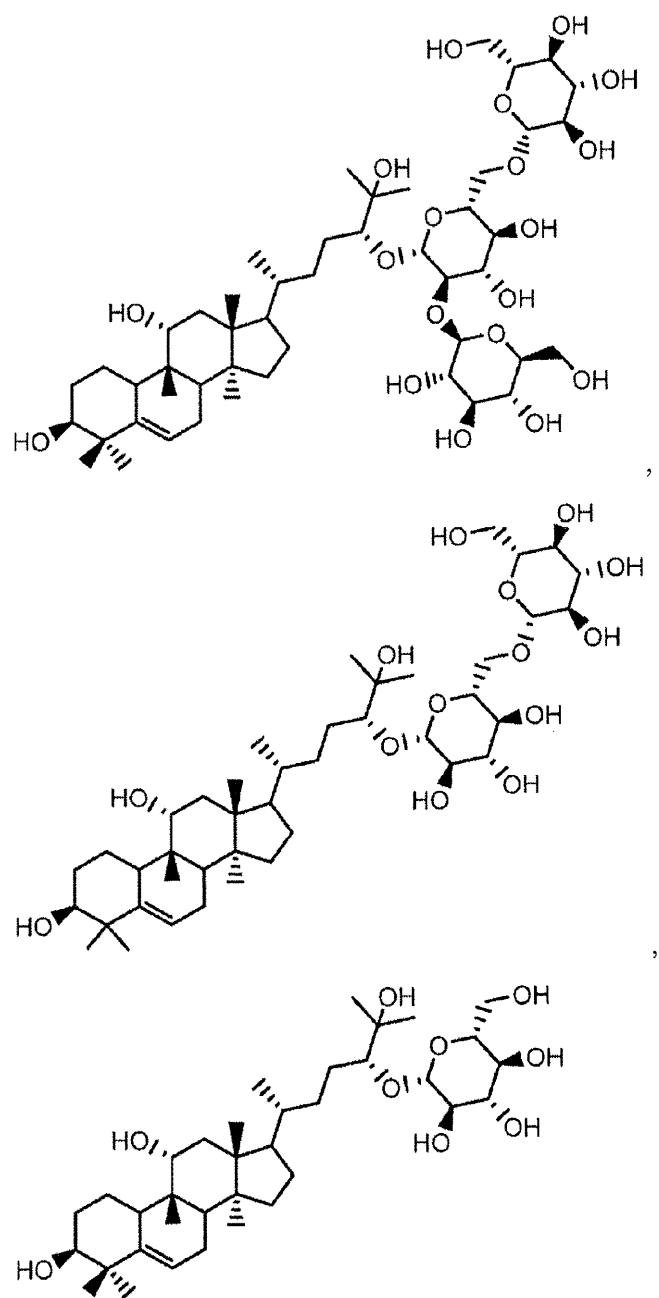
【化 1 2 4】



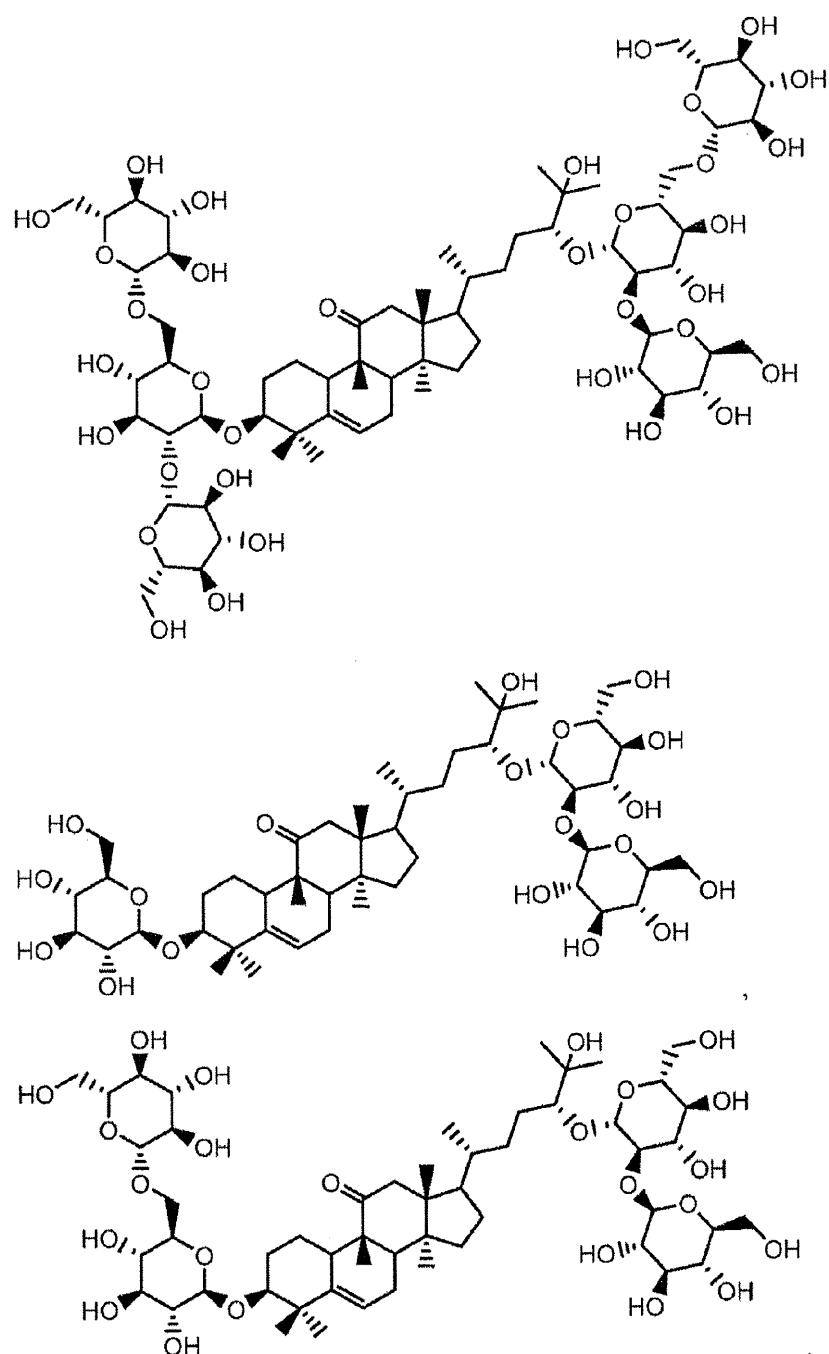
【化 1 2 5】



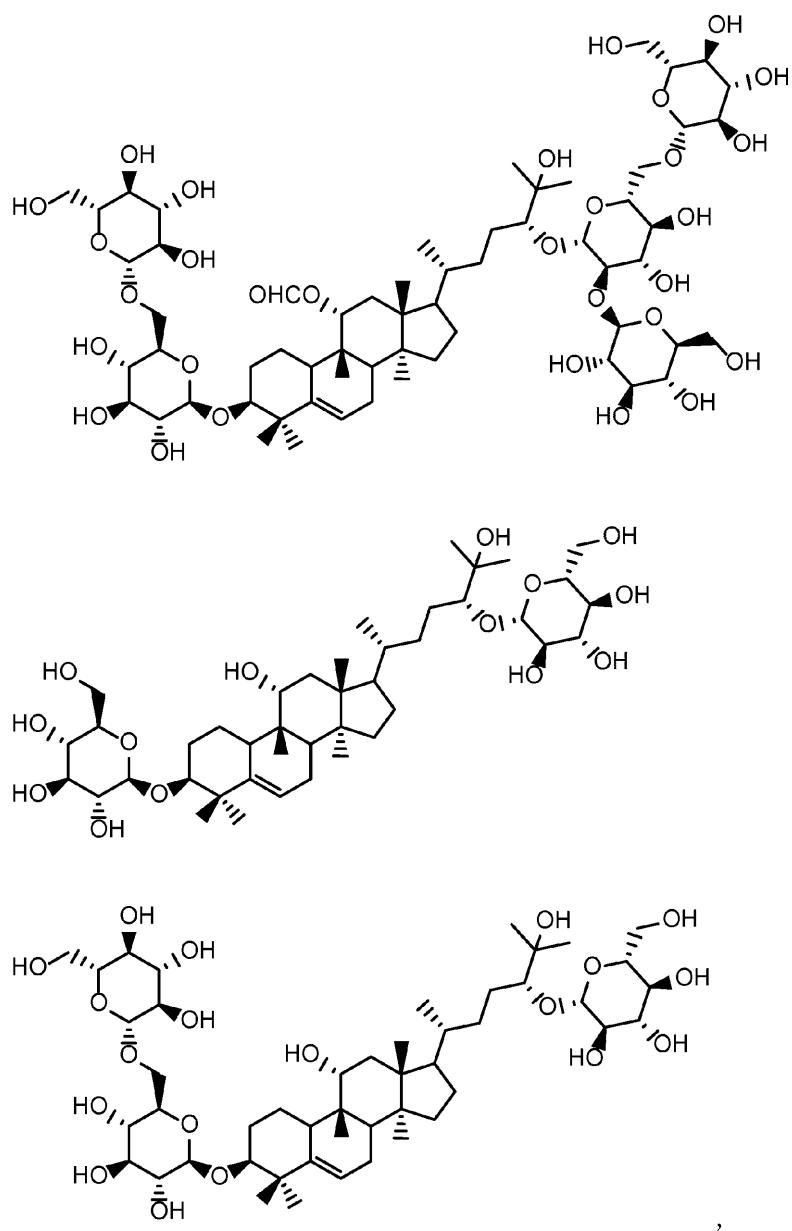
【化 1 2 6】



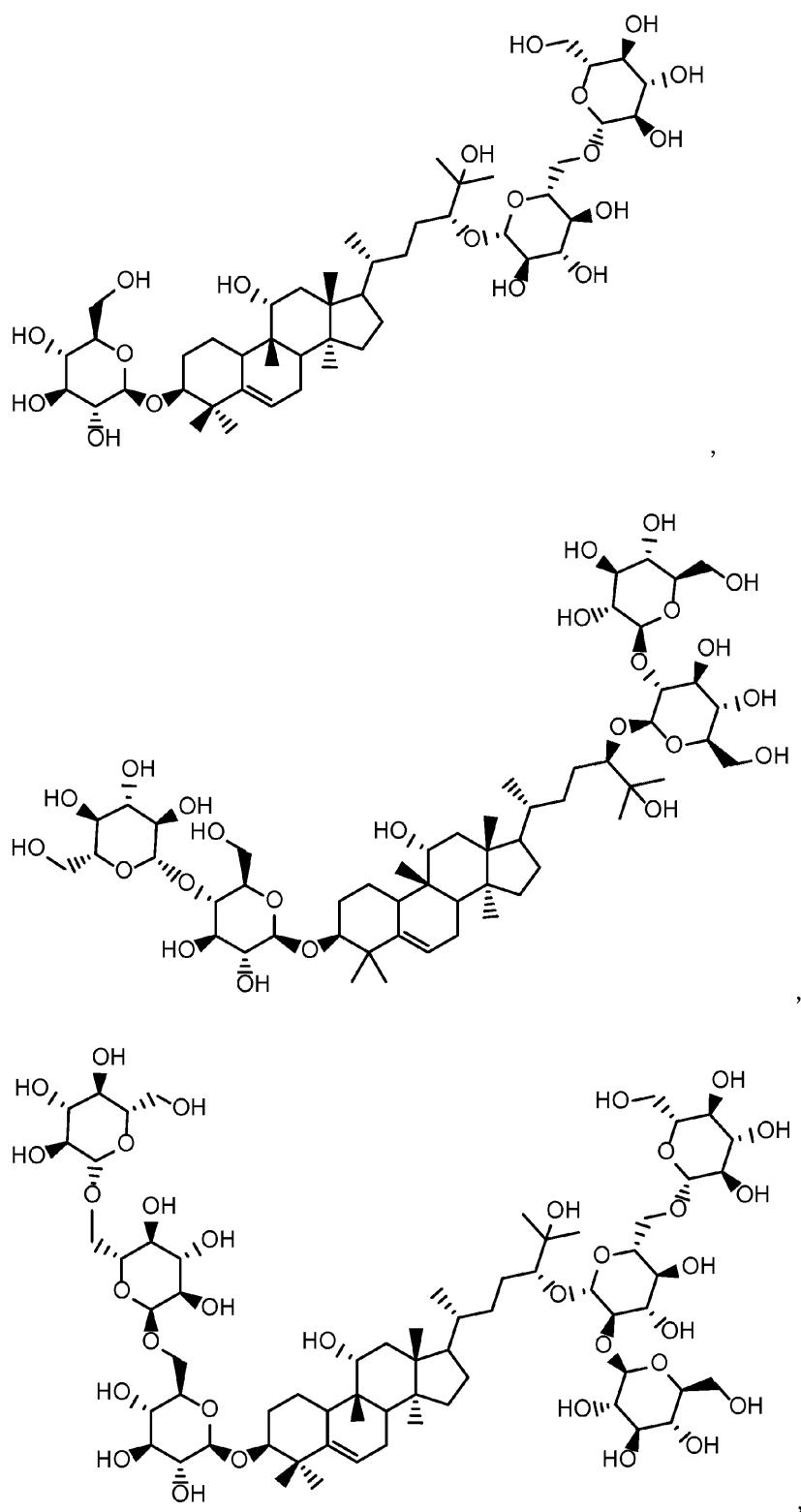
【化 1 2 7】



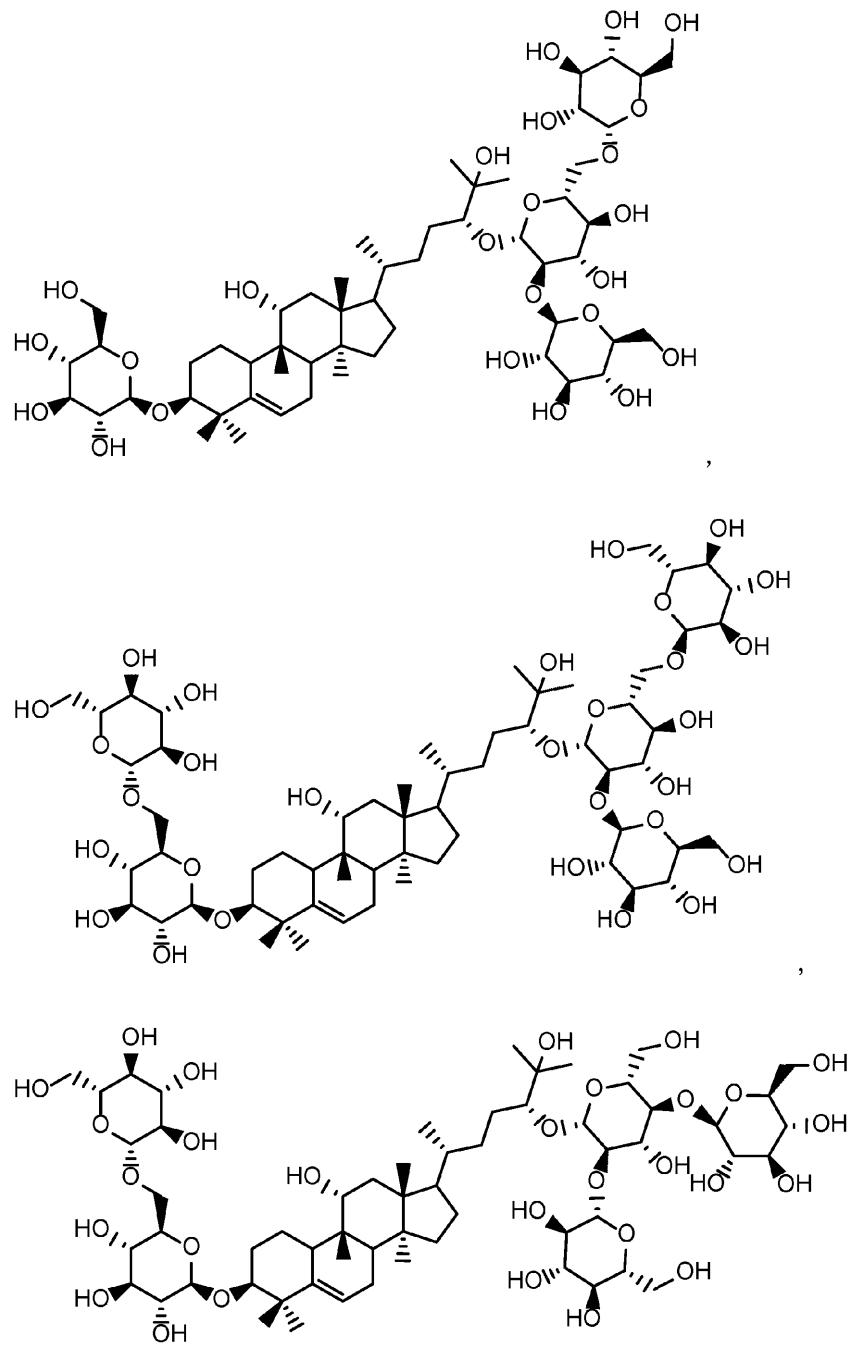
【化 1 2 8】



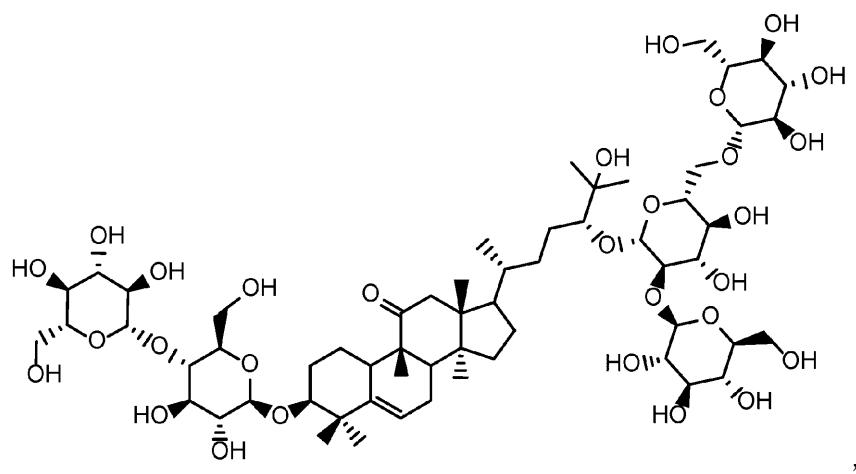
【化 1 2 9】



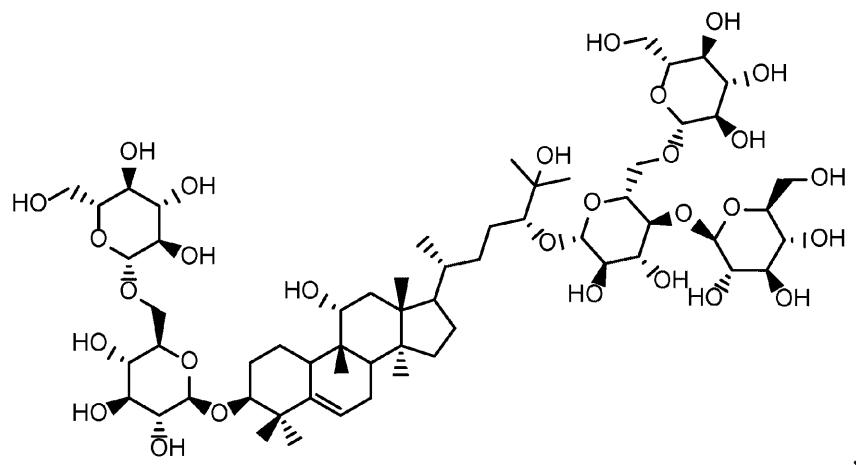
【化 1 3 0】



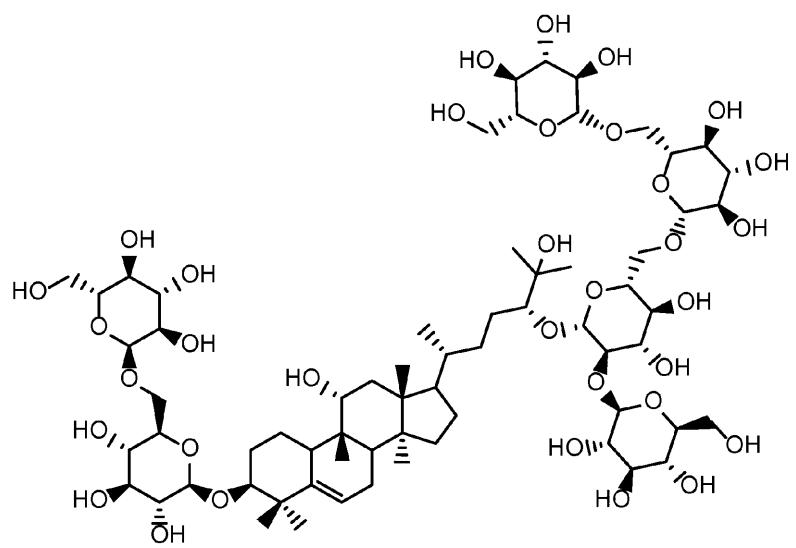
【化 1 3 1】



,



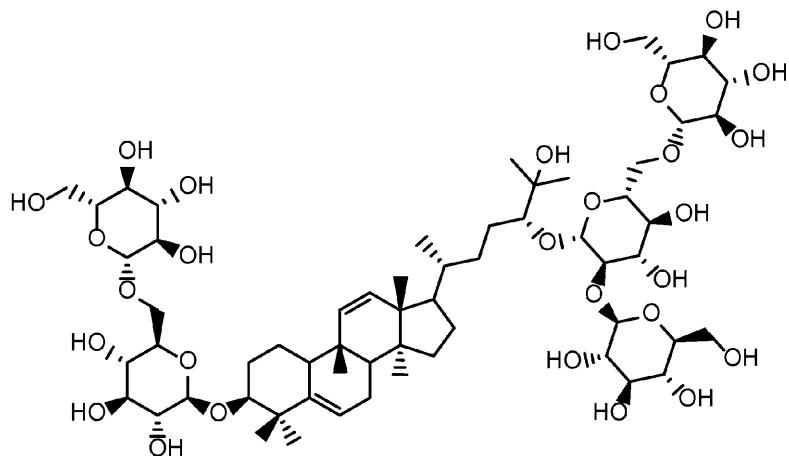
,



,

および

【化132】



から選択される1つ以上の化合物を含む。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0341

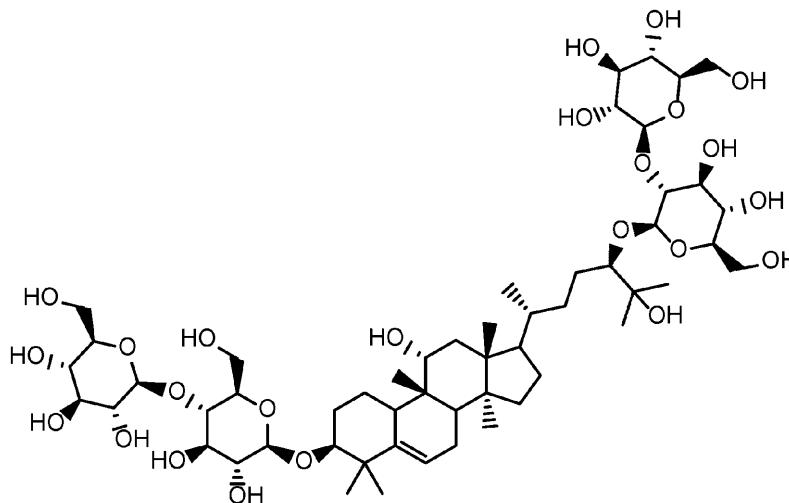
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0341】

いくつかの実施形態は、化合物1：

【化164】



(1)

を製造する方法であって、*Siraitia grosvenorii*の抽出物をHPLCカラムで分画することと、化合物1を含む溶出画分を回収することとを含む、方法を提供する。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0342

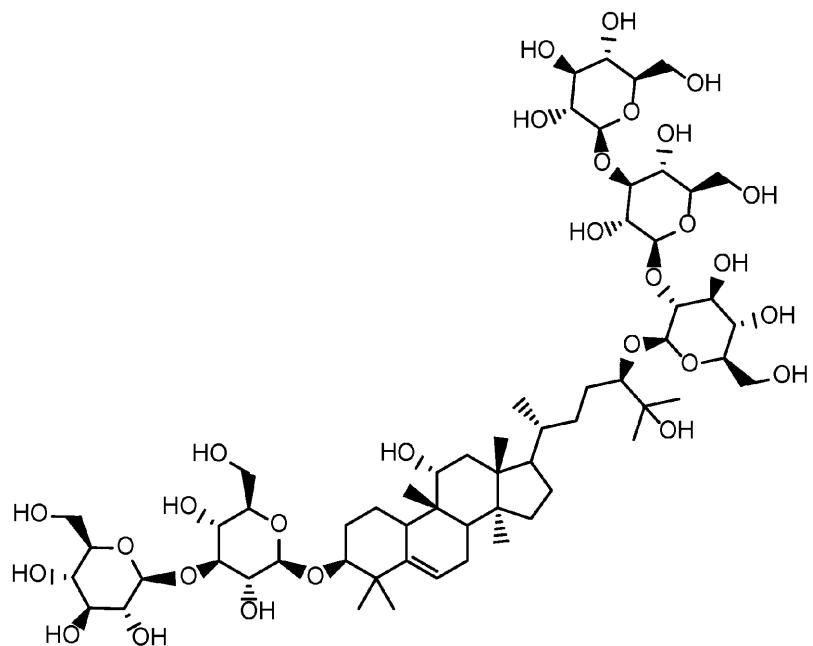
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0342】

いくつかの実施形態は、化合物18

【化165】



(18)

を製造する方法であって、モグロシド_I_I_I_Eをグルコーストランスフェラーゼ酵素UGT76G1で処理することを含む方法を提供する。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0343

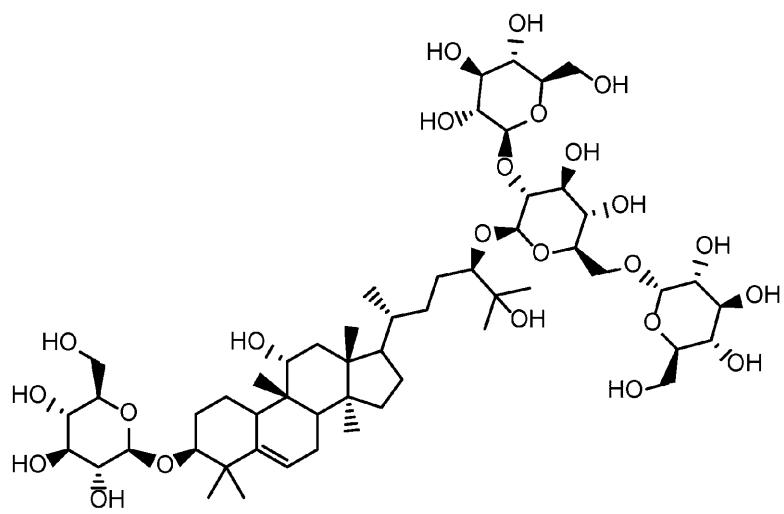
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0343】

いくつかの実施形態は、化合物3の化合物

【化166】



(3)

を製造する方法であって、デンプン存在下、モグロシド_I_I_I_Eをシクロマルトデキストリングルカノトランスフェラーゼで処理することを含む方法を提供する。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0344

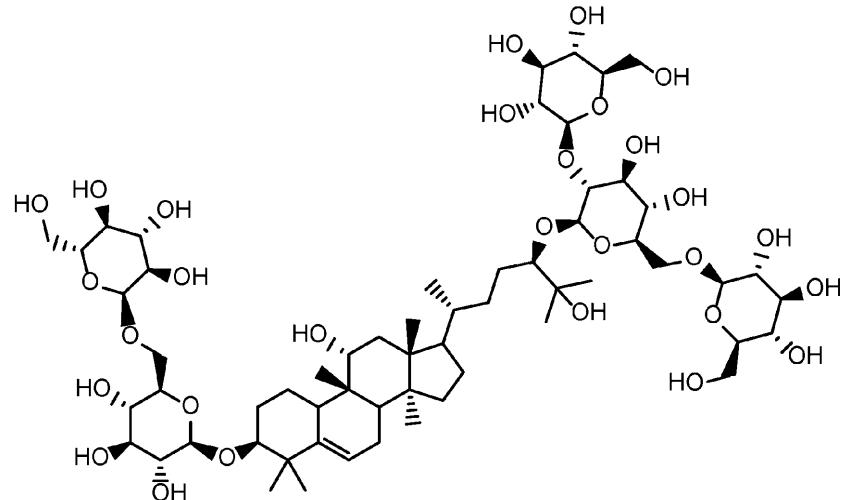
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0344】

いくつかの実施形態は、化合物12の化合物

【化167】



を製造する方法であって、モグロシドVIをパン酵母由来のインベルターゼで処理することを含む方法を提供する。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0345

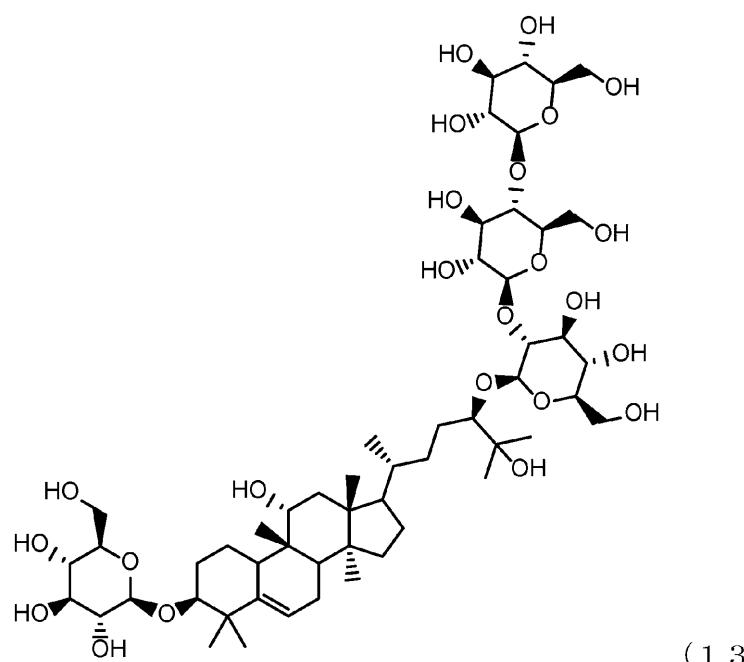
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0345】

いくつかの実施形態は、化合物13の化合物

【化168】



を製造する方法であって、-ラクトース存在下、モグロシドIII_Eをセルクラストで処理することを含む方法を提供する。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 3 4 6

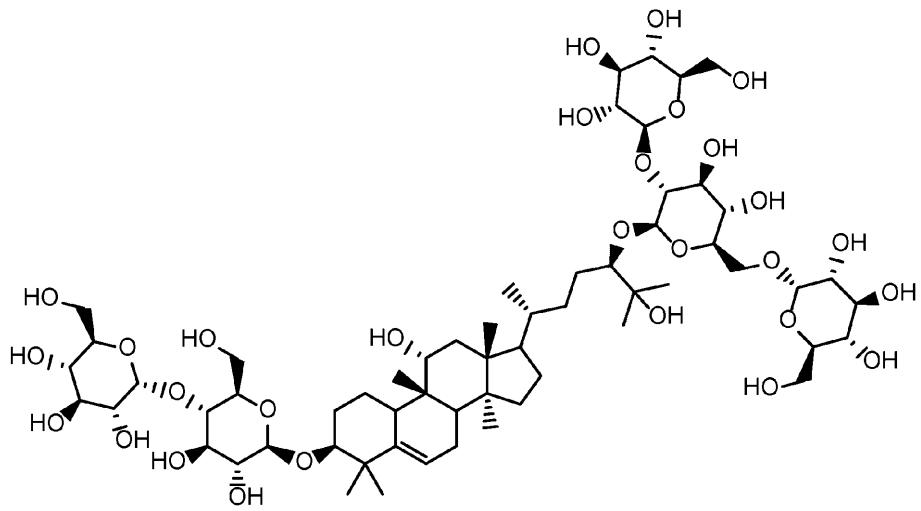
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 3 4 6】

いくつかの実施形態は、化合物5の化合物

【化169】



を製造する方法であって、デンプン存在下、モグロシドIII_Eをシクロマルトデキストリングルカノトランスフェラーゼで処理することを含む方法を提供する。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 3 4 7

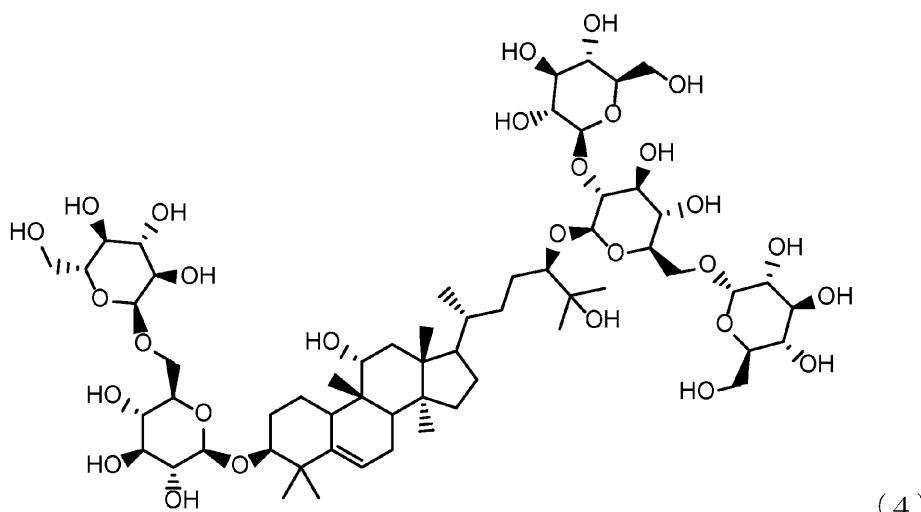
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 3 4 7】

いくつかの実施形態は、化合物4の化合物

【化170】



を製造する方法であって、デンプン存在下、モグロシドIII_Eをシクロマルトデキストリングルカノトランスフェラーゼで処理することを含む方法を提供する。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0348

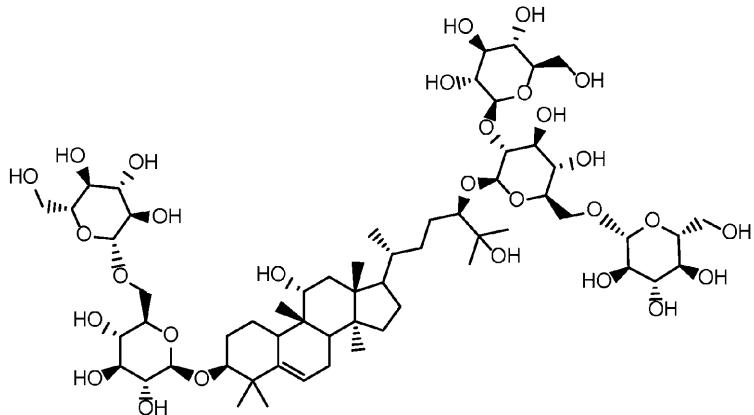
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0348】

(実施例1：モグロシドVの単離)

【化171】



【手続補正15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0350

【補正方法】変更

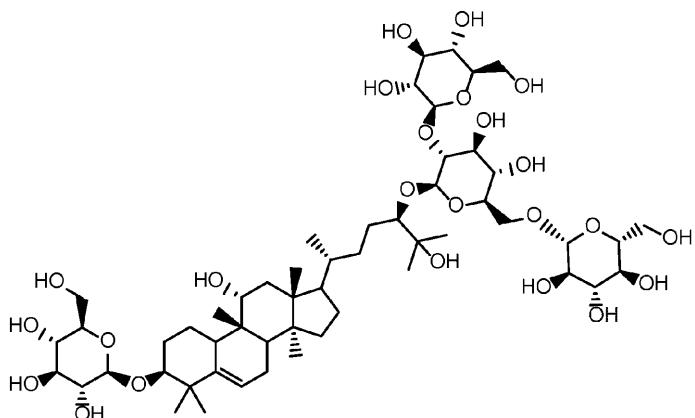
【補正の内容】

【0350】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅)、選択されたシグナル： 5.48 (d, J = 7.8 Hz, 2H, 6-H & G3-1-H), 5.19 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G1-1H), 4.93 (d, J = 8.0 Hz, 2H, G2 & G4-1-H), 4.89 (d, J = 7.6 Hz, 1H, G5-1-H), 3.79 - 3.74 (m, 1H, 24-H), 3.69 (brs, 1H, 3-H), 1.53 (s, 3H, 29-Me), 1.46 (s, 3H, 27-Me) 1, 1.34 (s, 6H, 26および28-Me), 1.09 (d, J = 7.4 Hz, 3H, 21-Me), 1.07 (s, 3H, 19-Me), 0.92 (s, 6H, 18 & 30-Me) : ピリジン-d₅サンプル中、D₂O交換によって同定される交換可能なプロトン。ESIMS 1285.86 (M-H)⁻。

(実施例2：シアメノシドIの単離と酵素による产生)

【化172】



【手続補正16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 3 5 3

【補正方法】 変更

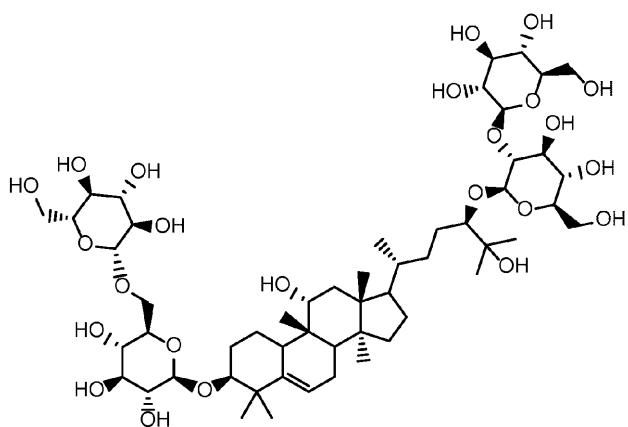
【補正の内容】

【0 3 5 3】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅)、選択されたシグナル: 5.48 (m, 2H, 6 & G3 - 1 - H), 4.93 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G1 - 1 - H), 4.89 (m, 2H, G2 & G4 - 1 - H), 3.76 (d, J = 7.9 Hz, 1H, 24 - H), 3.66 (d, J = 2.7 Hz, 1H, 3 - H), 1.56 (s, 3H, 29 - Me), 1.46 (s, 3H, 27 - Me), 1.34 (s, 6H, 26 & 28 - Me), 1.12 (s, 3H, 19 - Me), 1.07 (d, J = 6.3 Hz, 3H, 21 - Me), 0.92 (s, 6H, 18 & 30 - Me); ESI-MS, 1123.83 (M - H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例3: モグロシドIV_Eの単離と酵素による產生)

【化173】



【手続補正17】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 3 5 6

【補正方法】 変更

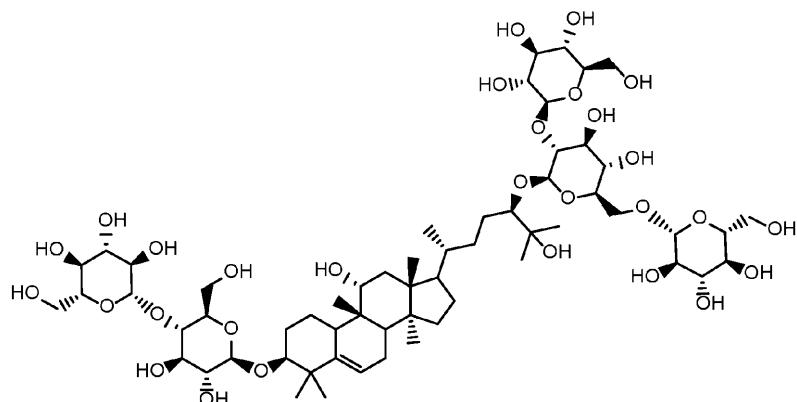
【補正の内容】

【0 3 5 6】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅)、選択されたシグナル: 5.42 (1H, HDOピークと合わさっている), 5.35 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 5.11 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 5.01 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.77 (d, J = 7.9 Hz, 1H), 3.66 (s, 1H), 1.46 (s, 6H), 1.41 (s, 3H), 1.29 (s, 3H), 1.07 (s, 3H), 1.02 (d, J = 6.3 Hz, 3H), 0.83 (s, 3H), 0.82 (s, 3H); ESI-MS 1147.6 (M + Na)⁺, 1123.80 (M - H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例4: イソ - モグロシドVの単離)

【化174】



【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0358

【補正方法】変更

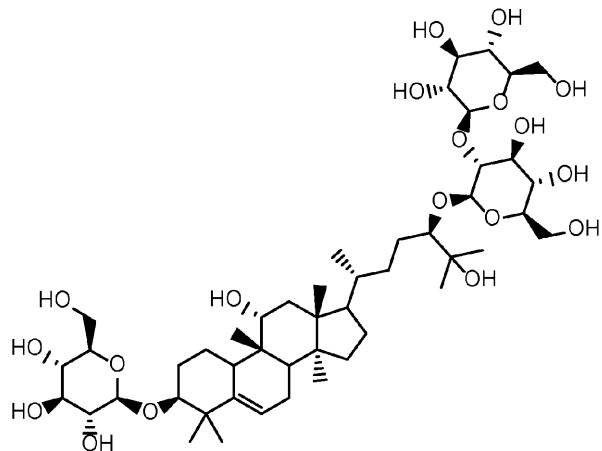
【補正の内容】

【0358】

¹H NMR (400 MHz, メタノール-d₄)、選択されたシグナル： 5.49 (d, J = 6.0 Hz, 1H, 6-H), 4.78 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G1-1H), 4.44 (d, J = 7.3 Hz, 1H, G2-1H), 4.41 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3-1H), 4.31 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4-1H), 4.28 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G5-1H), 1.19 (s, 3H, 29-Me), 1.15 (s, 3H, 27-Me), 1.11 (s, 6H, 26 & 19-Me), 1.08 (s, 3H, 28-Me), 0.98 (d, J = 6.1 Hz, 3H, 21-Me), 0.92 (s, 3H, 30-Me), 0.89 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1285.67 (M-H)⁻; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例5：モグロシドIIIEの単離と酵素による产生)

【化175】



【手続補正19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0361

【補正方法】変更

【補正の内容】

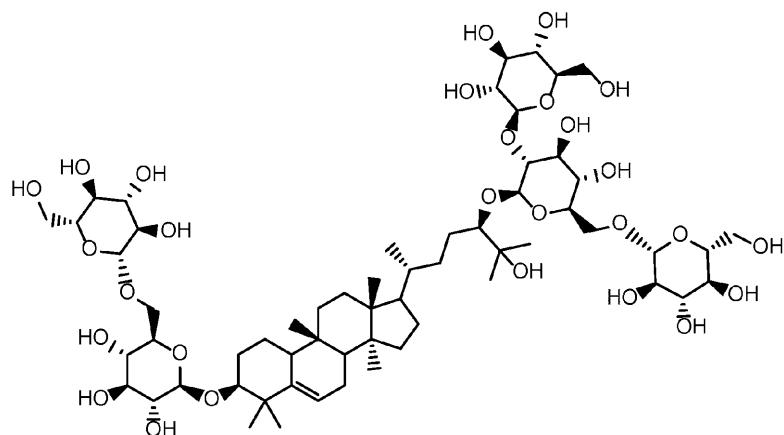
【0361】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅)、選択されたシグナル： 5.48 (m, 1H, 6-H), 5.35 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G2-1H), 5.10

(d , J = 7 . 7 Hz , 1 H , G 1 - 1 H) , 4 . 9 1 (d , J = 7 . 8 Hz , 1 H , G 3 - 1 H) , 3 . 9 3 (m , 1 H , 2 4 - H) , 3 . 6 8 (s , 1 H , 3 - H) , 1 . 5 7 (s , 1 H , 2 6 - Me) , 1 . 5 0 (s , 1 H , 2 9 - Me) , 1 . 4 6 (s , 3 H , 2 7 - Me) , 1 . 3 3 (s , 3 H , 1 9 - Me) , 1 . 1 4 (s , 3 H , 2 8 - Me) , 1 . 0 6 (d , J = 6 . 3 Hz , 3 H , 2 1 - Me) , 0 . 8 9 (s , 3 H , 3 0 - Me) , 0 . 8 8 (s , 3 H , 1 8 - Me) ; E S I - M S 9 8 5 . 5 9 (M + N a)⁺ , 9 6 1 . 7 1 (M - H)⁻ ; 分子式 C₄₈H₈₂O₁₉。

(実施例 6 : 11 - デオキシ - モグロシド V の単離)

【化 176】



【手続補正 20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0363

【補正方法】変更

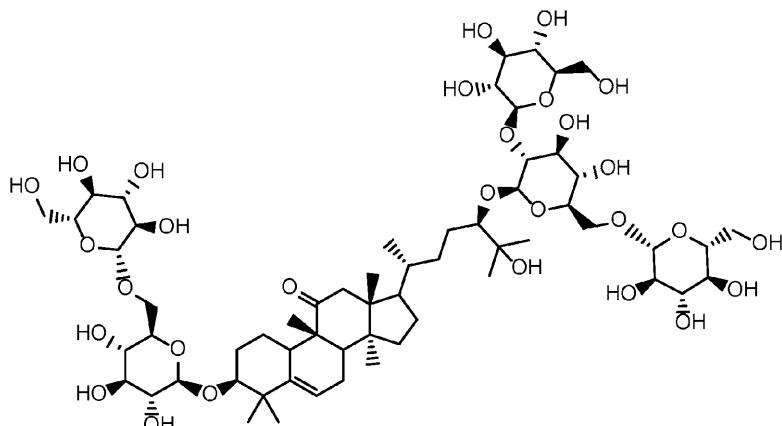
【補正の内容】

【0363】

¹H N M R (4 0 0 M H z , ピリジン - d₅) 、選択されたシグナル : 5 . 4 9 (d , J = 7 . 7 Hz , 1 H , G 3 - 1 - H) , 5 . 4 5 (m , 1 H , 6 - H) , 5 . 2 3 (d , J = 7 . 7 Hz , 1 H , G 5 - 1 - H) , 4 . 9 4 (m , 1 H , G 1 - 1 - H) , 4 . 8 9 (m , 1 H , G 2 - 1 - H) , 4 . 8 4 (d , J = 7 . 8 Hz , 1 H , G 4 - 1 - H) , 3 . 7 8 (m , 1 H , H - 2 4) , 3 . 7 0 (b r s , 1 H , H - 3) , 1 . 5 2 (s , 3 H , 2 7 - Me) , 1 . 4 7 (s , 3 H , 2 9 - Me) , 1 . 3 6 (s , 3 H , 2 6 - Me) , 1 . 0 9 (d , J = 6 . 2 Hz , 3 H , 2 1 - Me) , 1 . 0 4 (s , 3 H , 2 8 - Me) , 0 . 8 9 (s , 3 H , 1 9 - Me) , 0 . 8 4 (s , 3 H , 1 8 - Me) , 0 . 8 0 (s , 3 H , 3 0 - Me) 。 E S I - M S 1 2 9 3 . 8 (M + N a)⁺ , 1 2 6 9 . 8 (M - H)⁻ ; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₈。

(実施例 7 : 11 - オキソ - モグロシド V の単離)

【化177】



【手続補正21】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0365

【補正方法】変更

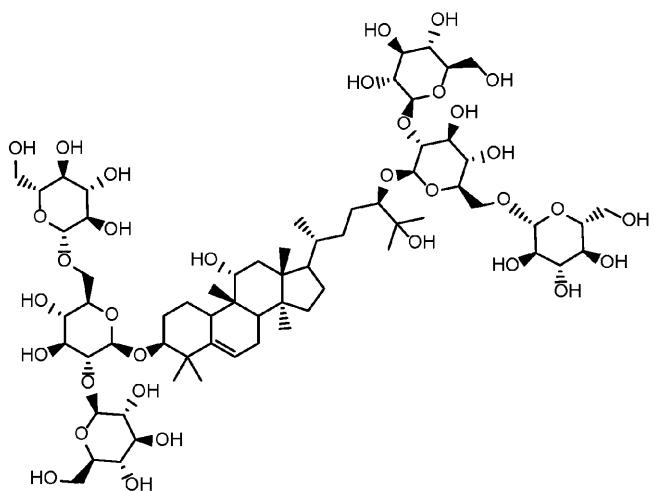
【補正の内容】

【0365】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅)、選択されたシグナル： 5.52 (d, J = 7.8 Hz, 1H, H-6), 5.47 (d, J = 6.0 Hz, 1H, G3-1-H), 5.17 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G1-1-H), 4.88 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G5-1-H), 4.82 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G2-1-H), 3.76 (m, 1H, 24-H), 3.67 (s, 1H, 3-H), 1.52 (s, 3H, 26-Me), 1.46 (s, 3H, 29-Me), 1.35 (s, 3H, 27-Me), 1.18 (s, 3H, 28-Me), 1.03 (s, 3H, 19-Me), 1.02 (d, J = 6.7 Hz, 3H, 21-Me), 1.00 (s, 3H, 30-Me), 0.74 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1307.45 (M+Na)⁺, 1283.81 (M-H)⁻; 分子式 C₆₀H₁₀₀O₂₉。

(実施例8：モグロシドVIIの単離)

【化178】



【手続補正22】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0367

【補正方法】変更

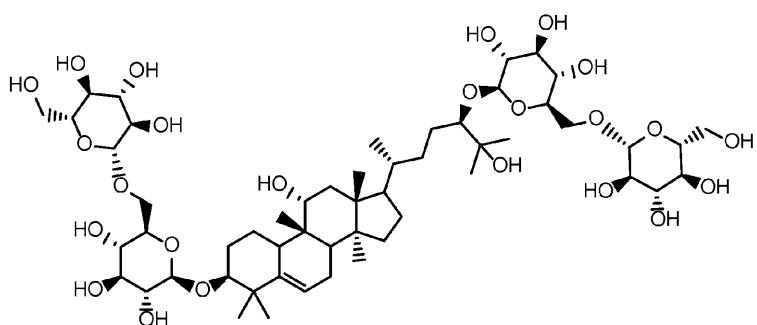
【補正の内容】

【0367】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅)、選択されたシグナル： 5.5 (m, 1H, G3 - 1H, HDOピークと合わさっている), 5.42 (m, 1H, 6-H), 5.19 (m, 2H, G6 & G2 - 1H), 4.88 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4 - 1H), 4.83 (m, 2H, G1 - 1H), 4.77 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G5 - 1H), 3.69 (d, J = 8.8 Hz, 1H, 24-H), 1.48 (s, 3H, 29-Me), 1.42 (s, 3H, 27-Me), 1.28 (s, 3H, 26-Me), 1.25 (s, 3H, 19-Me), 1.09 (s, 3H, 28-Me), 1.02 (d, J = 6.2 Hz, 3H, 21-Me), 0.85 (s, 3H, 30-Me), 0.82 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1471.51 (M+Na)⁺, 1447.83 (M-H)⁻; 分子式 C₆₆H₁₁₂O₃₄。

(実施例9：モグロシドIV_Aの単離と酵素による產生)

【化179】



【手続補正23】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0370

【補正方法】変更

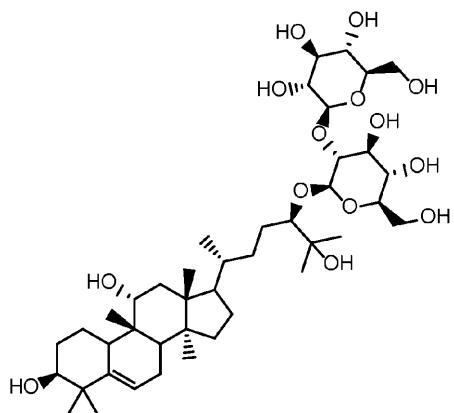
【補正の内容】

【0370】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅)、選択されたシグナル： 5.49 (d, J = 6.0 Hz, 1H, 6-H), 5.19 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G4 - 1-H), 4.93 (m, 1H, G1 - 1-H), 4.87 (m, 2H, G2 & G3 - 1-H), 3.78 (br d, J = 9.2 Hz, 1H, 24-H), 3.73 (s, 1H, 3-H), 1.54 (s, 3H, 29-Me), 1.46 (s, 3H, 26-Me), 1.33 (s, 6H, 19 & 27-Me), 1.12 (m, 3H, 28-Me), 0.94 (d, J = 6.5 Hz, 3H, 21-Me), 0.92 (s, 3H, 18-Me), 0.84 (s, 3H, 30-Me); ESI-MS 1147.32 (M+Na)⁺, 1123.66 (M-H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例10：セルクラストからのモグロシドII_Aの酵素による產生)

【化180】



【手続補正24】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0372

【補正方法】変更

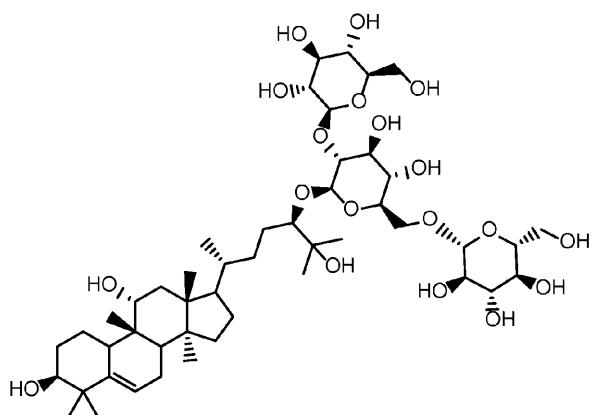
【補正の内容】

【0372】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅)、選択されたシグナル： 5.58 (d, J = 6.0 Hz, 1H, 6-H), 5.36 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G2-1H), 5.00 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G1-1H), 3.88 (d, J = 7.2 Hz, 1H, 24-H), 3.69 (d, J = 3.0 Hz, 1H, 3-H), 1.46 (s, 3H, 27-Me), 1.41 (s, 3H, 26-Me), 1.38 (s, 3H, 29-Me), 1.33 (s, 3H, 19-Me), 1.14 (s, 3H, 28-Me), 1.02 (d, J = 6.4 Hz, 3H, 21-Me), 0.89 (s, 3H, 30-Me), 0.84 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 823.56 (M+Na)⁺, 799.6 (M-H)⁻; 分子式 C₄₂H₇₂O₁₄。

(実施例11：アロマーゼからのモグロシドIIIA₁の酵素による产生)

【化181】



【手続補正25】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0374

【補正方法】変更

【補正の内容】

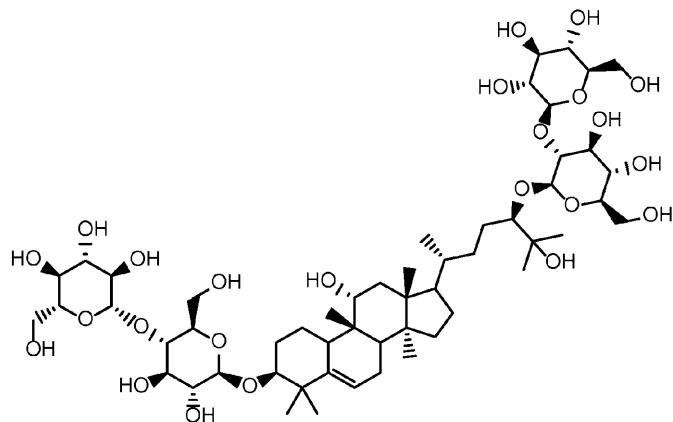
【0374】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅+D₂O)、選択されたシグナル 5.59 (d, J = 6.1 Hz, 1H, 6-H), 5.51 (d, J = 7.8 Hz, 1H,

G 2 - 1 H) , 4 . 8 4 (m , 1 H , G 1 - 1 H) , 4 . 7 9 (d , J = 7 . 7 H z , 1 H , G 3 - 1 H) , 3 . 7 1 (d , J = 9 . 0 H z , 1 H , 2 4 - H) , 3 . 6 8 (d , J = 3 . 1 H z , 1 H , 3 - H) , 1 . 4 3 (s , 3 H , 2 6 - M e) , 1 . 3 8 (s , 3 H , 2 8 - M e) , 1 . 3 4 (s , 3 H , 1 9 - M e) , 1 . 2 9 (s , 3 H , 2 7 - M e) , 1 . 1 4 (s , 3 H , 2 9 - M e) , 1 . 0 4 (d , J = 6 . 4 H z , 3 H , 2 1 - M e) , 0 . 9 4 (s , 3 H , 3 0 - M e) および 0 . 8 7 (s , 3 H , 1 8 - M e) ; E S I - M S ; 9 6 1 . 3 4 (M - H) ⁺ ; 分子式 C₄₈H₈₂O₁₉。

(実施例 12 : 化合物 1 の単離)

【化 182】



【手続補正 26】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0376

【補正方法】変更

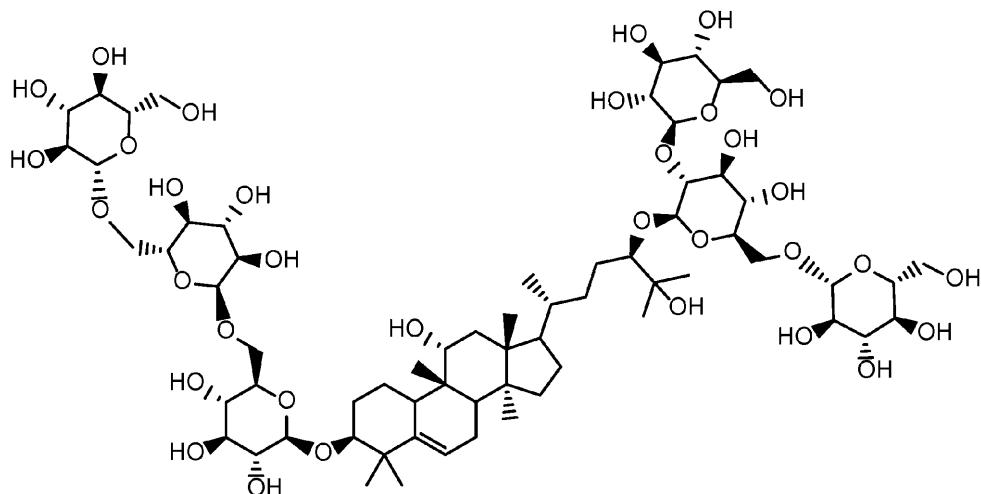
【補正の内容】

【0376】

¹ H N M R (4 0 0 M H z , ピリジン - d₅ + D₂O) 、選択されたシグナル : 5 . 3 7 (s , 1 H , 6 - H) , 5 . 3 5 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 2 - 1 - H) , 5 . 1 4 (d , J = 7 . 9 H z , 1 H , G 4 - 1 - H) , 5 . 0 0 (d , J = 7 . 7 H z , 1 H , G 1 - 1 - H) , 4 . 7 7 (d , J = 8 . 0 H z , 1 H , G 3 - 1 - H) , 3 . 5 7 (s , 1 H , 3 - H) , 1 . 4 9 (s , 3 H , 2 9 - M e) , 1 . 4 5 (s , 3 H , 2 7 - M e) , 1 . 4 1 (s , 3 H , 2 6 - M e) , 1 . 2 7 (s , 3 H , 1 9 - M e) , 1 . 1 0 (s , 3 H , 2 8 - M e) , 1 . 0 1 (d , J = 6 . 3 H z , 3 H , 2 1 - M e) , 0 . 8 4 (s , 3 H , 3 0 - M e) , 0 . 8 3 (s , 3 H , 1 8 - M e) ; 1 3 C N M R (1 0 1 M H z , ピリジン) 1 4 4 . 1 5 , 1 1 8 . 5 2 , 1 0 6 . 7 9 , 1 0 5 . 6 4 , 1 0 4 . 7 7 , 1 0 2 . 2 4 , 8 8 . 7 7 , 8 7 . 9 5 , 8 2 . 9 5 , 8 1 . 3 0 , 7 8 . 4 3 , 7 8 . 3 7 , 7 8 . 3 2 , 7 7 . 9 8 , 7 7 . 9 1 , 7 7 . 8 0 , 7 6 . 5 4 , 7 6 . 1 1 , 7 5 . 8 8 , 7 4 . 7 4 , 7 2 . 4 4 , 7 1 . 9 2 , 7 1 . 2 9 , 7 1 . 1 1 , 6 3 . 0 7 , 6 2 . 2 9 , 6 2 . 2 0 , 6 2 . 0 0 , 5 0 . 7 0 , 4 9 . 6 4 , 4 7 . 3 5 , 4 3 . 4 6 , 4 2 . 3 0 , 4 0 . 8 2 , 4 0 . 0 7 , 4 0 . 0 4 , 3 6 . 7 0 , 3 6 . 6 2 , 3 4 . 4 9 , 3 3 . 7 8 , 2 8 . 5 7 , 2 8 . 4 9 , 2 7 . 6 3 , 2 6 . 9 0 , 2 6 . 7 6 , 2 6 . 2 4 , 2 5 . 4 8 , 2 4 . 5 2 , 1 9 . 3 7 , 1 9 . 0 4 , 1 7 . 0 0 ; E S I - M S 1 1 4 7 . 7 4 (M + N a) ⁺ , 1 1 2 3 . 8 6 (M - H) ⁻ ; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例 13 : 化合物 2 の単離)

【化183】



【手続補正27】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0378

【補正方法】変更

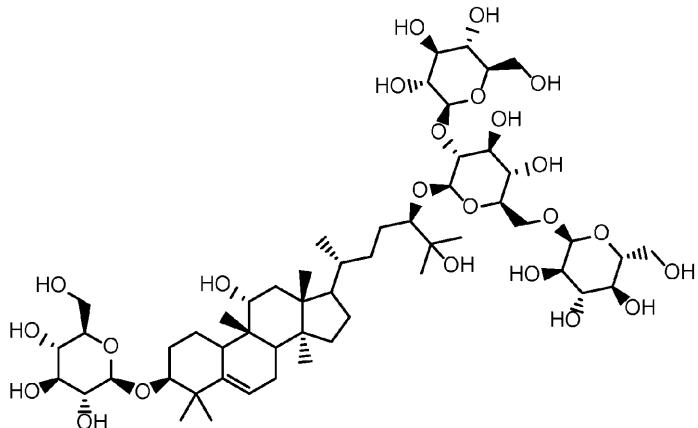
【補正の内容】

【0378】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5.51 (m, 1H, G3 - 1H), 5.45 (m, 1H, 6-H; HDOピークと合っている), 5.38 (d, J = 3.7 Hz, 1H, G5 - 1H), 5.10 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G2 または G6 - 1H), 4.79 (m, 1H, G1 - 1H), 4.75 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4 - 1H), 4.70 (m, 1H, G2 または G6 - 1H), 3.69 (d, J = 8.4 Hz, 1H, 24-H), 3.63 (s, 1H, 3-H), 1.46 (s, 3H, 29-Me), 1.42 (s, 3H, 26-Me), 1.28 (s, 6H, 27 & 19-Me), 1.06 (s, 3H, 28-Me), 1.03 (d, J = 6.2 Hz, 3H, 21-Me), 0.88 (s, 3H, 30-Me) および 0.84 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1471.96 (M + Na)⁺, 1447.17 (M - H)⁻; 分子式 C₆₆H₁₁₂O₃₄。

(実施例14：化合物3の単離と酵素による产生)

【化184】



【手続補正28】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0382

【補正方法】変更

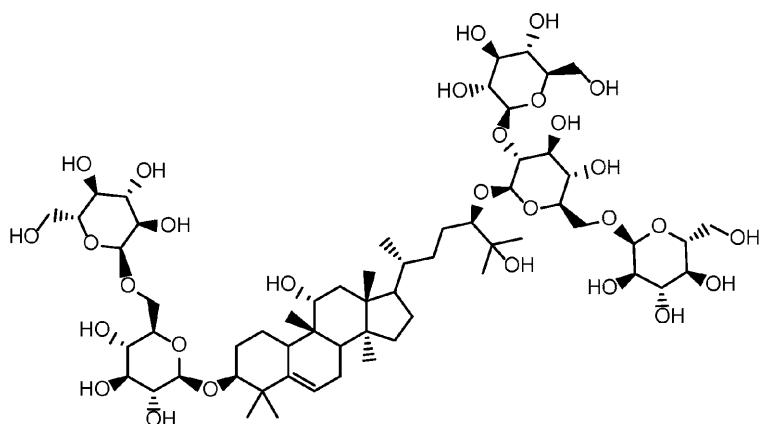
【補正の内容】

【0382】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.44 (m, 2H, H - G2 - 1H, HDOピークと合わさっている), 5.37
 (d, J = 3.7 Hz, 1H, G3 - 1H), 4.86 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G
 1 - 1H), 4.81 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4 - 1H), 3.72 (m, 1H
 , 24 - H), 3.61 (s, 1H, 3 - H), 1.49 (s, 3H, 29 - Me), 1
 .42 (s, 3H, 27 - Me), 1.30 (s, 3H, 26 - Me), 1.27 (s,
 3H, 19 - Me), 1.09 (s, 3H, 28 - Me), 1.01 (d, J = 6.3 Hz
 , 3H, 21 - Me), 0.87 (s, 3H, 30 - Me) および 0.84 (s, 3H
 , 18 - Me); ESI-MS 1125.94 (M + H)⁺, 1123.92 (M - H)
 ; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例15：化合物4の酵素による产生)

【化185】



【手続補正29】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0384

【補正方法】変更

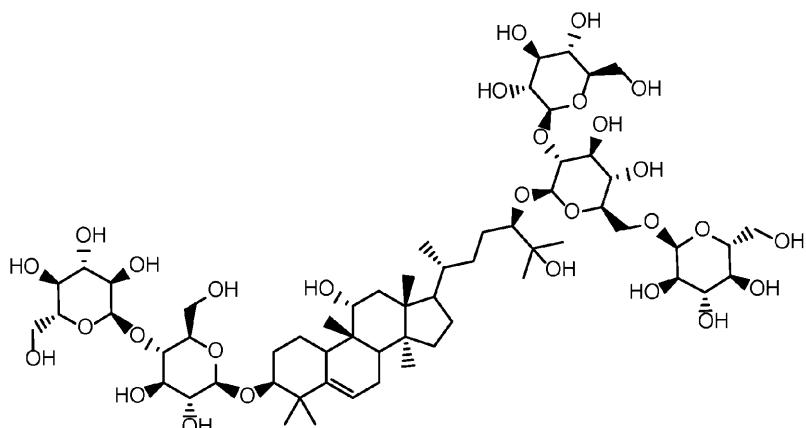
【補正の内容】

【0384】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.46 - 5.40 (m, 3H, H - 6, G2 - 1H & G5 - 1H; HDOピークと合わ
 さっている), 5.28 (d, J = 3.7 Hz, 1H, G3 - 1H), 4.84 (d, J
 = 7.8 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.82 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4 - 1H
), 3.71 (d, J = 8.0 Hz, 1H, 24 - H), 3.61 (s, 1H, 3 - H)
 , 1.49 (s, 3H, 28 - Me), 1.41 (s, 3H, 26 - Me), 1.29 (s,
 3H, 27 - Me), 1.28 (s, 3H, 19 - Me), 1.10 (s, 3H, 2
 9 - Me), 1.01 (d, J = 5.9 Hz, 3H, 21 - Me), 0.87 (s, 3H
 , 30 - Me), 0.84 (s, 3H, 18 - Me); ESI-MS 1285.84 (M - H)
 ; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例16：化合物5の酵素による产生)

【化186】



【手続補正30】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0386

【補正方法】変更

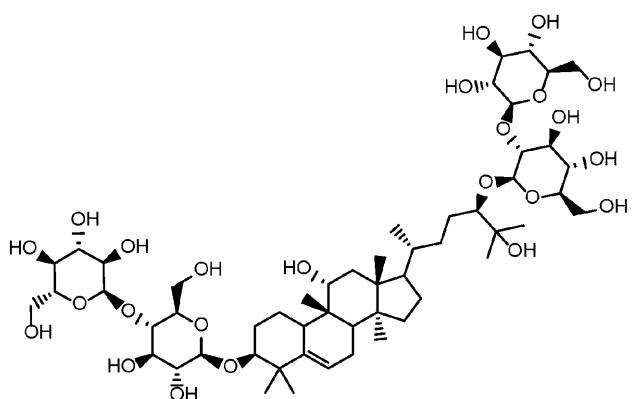
【補正の内容】

【0386】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： , 5.90 (d, J = 3.9 Hz, 1H, G5 - 1H), 5.49 (m, 1H, G2 - 1H), 5.46 (m, 1H, 6-H, HDOピークと合わさっている), 5.34 (d, J = 3.6 Hz, 1H, G3 - 1H), 4.78 (m, 2H, G1 & G4 - 1H), 3.65 (m, 1H, 24-H), 3.51 (brs, 1H, 3-H), 1.45 (s, 3H, 28-Me), 1.39 (s, 3H, 27-Me), 1.27 (s, 3H, 19-Me), 1.23 (s, 3H, 26-Me), 1.19 (s, 3H, 29-Me), 1.08 (d, J = 6.2 Hz, 3H, 21-Me), 1.00 (s, 3H, 30-Me) & 0.87 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1285.79 (M - H)⁻; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例17：化合物6の酵素による產生)

【化187】



【手続補正31】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0388

【補正方法】変更

【補正の内容】

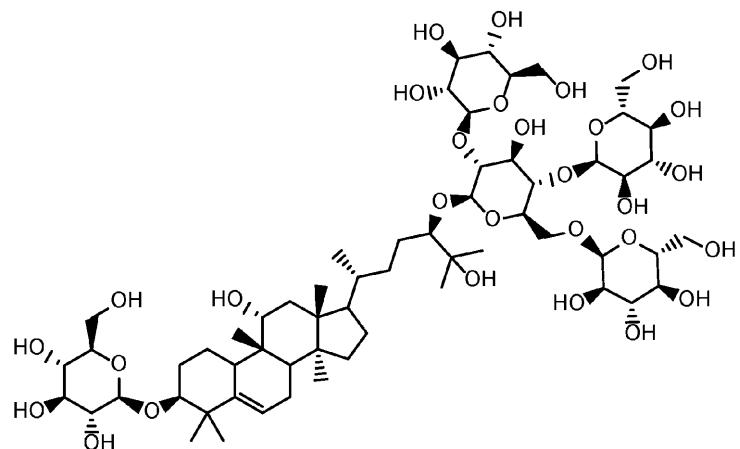
【0388】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5.94 (d, J = 3.8 Hz, 1H, G4 - 1H), 5.42 (m, 1H, 6-H, H

D O ピークと合わさっている) , 5 . 3 6 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 2 - 1 H) , 5 . 0 1 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 1 - 1 H) , 4 . 7 7 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 3 - 1 H) , 3 . 8 8 (d , J = 7 . 9 H z , 1 H , 2 4 - H) , 3 . 5 8 (s , 1 H , 3 - H) , 1 . 4 6 (m , 6 H , 2 6 & 2 8 - M e) , 1 . 4 1 (s , 3 H , 2 7 - M e) , 1 . 3 2 (s , 3 H , 1 9 - M e) , 1 . 0 9 (s , 3 H , 2 9 - M e) , 1 . 0 1 (d , J = 6 . 3 H z , 3 H , 2 1 - M e) , 0 . 8 4 (b r s , 6 H , 1 8 & 3 0 - M e) ; E S I - M S 1 1 2 3 . 6 3 (M - H) ⁺ ; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例 18 : 化合物 7 の酵素による产生)

【化 188】



【手続補正 32】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 3 9 0

【補正方法】変更

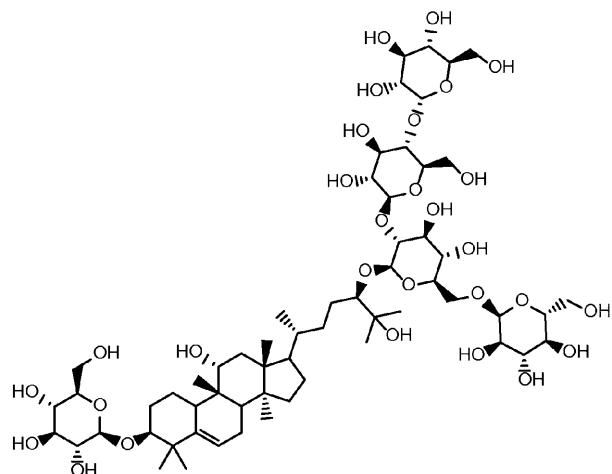
【補正の内容】

【0 3 9 0】

¹ H N M R (4 0 0 M H z , ピリジン - d₅ + D₂O) 、選択されたシグナル : 5 . 8 2 (d , J = 3 . 8 H z , 1 H , G 5 - 1 H) , 5 . 4 5 (m , 1 H , G 2 - 1 H , H D O ピークと合わさっている) , 5 . 4 3 (m , 1 H , 6 - H , H D O ピークと合わさっている) , 5 . 3 2 (d , J = 3 . 8 H z , 1 H , G 4 - 1 H) , 4 . 8 6 (d , J = 7 . 4 H z , 1 H , G 1 - 1 H) , 4 . 8 1 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 3 - 1 H) , 3 . 7 0 (d , J = 8 . 4 H z , 1 H , 2 4 - H) , 3 . 6 0 (s , 1 H , 3 - H) , 1 . 4 8 (s , 3 H , 2 8 - M e) , 1 . 4 5 (s , 3 H , 2 6 - M e) , 1 . 3 2 (s , 3 H , 2 7 - M e) , 1 . 2 7 (s , 3 H , 1 9 - M e) , 1 . 0 9 (s , 3 H , 2 9 - M e) , 1 . 0 1 (d , J = 6 . 3 H z , 3 H , 2 1 - M e) , 0 . 8 8 (s , 3 H , 3 0 - M e) , 0 . 8 4 (s , 2 H , 1 8 - M e) ; E S I - M S 1 2 8 7 . 7 6 (M H) ⁺ , 1 2 8 5 . 9 6 (M - H) ⁻ , 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例 19 : 化合物 8 の酵素による产生)

【化189】



【手続補正33】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0392

【補正方法】変更

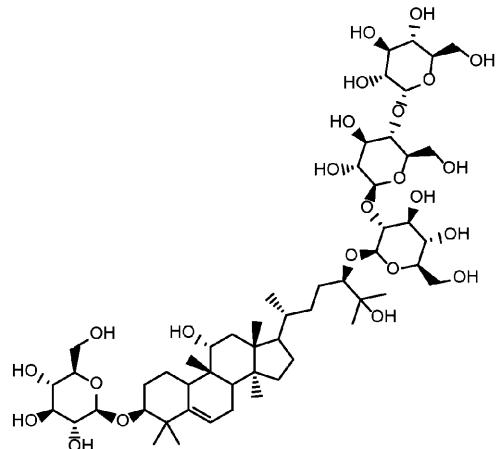
【補正の内容】

【0392】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.83 (d, J = 3.9 Hz, 1H, G5 - 1H), 5.45 (m, 1H, 6-H, HDOピークと合わさっている), 5.43 (m, 1H, G2 - 1H, HDOピークと合わさっている), 5.37 (d, J = 3.6 Hz, 1H, G4 - 1H), 4.86 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.73 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G3 - 1H), 3.72 (m, 1H, 24-H), 3.58 (s, 1H, 3-H), 1.47 (s, 3H, 28-Me), 1.41 (s, 3H, 26-Me), 1.29 (s, 3H, 27-Me), 1.26 (s, 3H, 19-Me), 1.08 (s, 3H, 29-Me), 1.01 (d, J = 6.2 Hz, 3H, 21-Me), 0.86 (s, 3H, 30-Me), 0.83 (s, 3H, 18-Me)。ESI-MS 1287.94 (MH)⁺, 1285.96 (M-H)⁻，分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例20：化合物9の酵素による產生)

【化190】



【手続補正34】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0394

【補正方法】変更

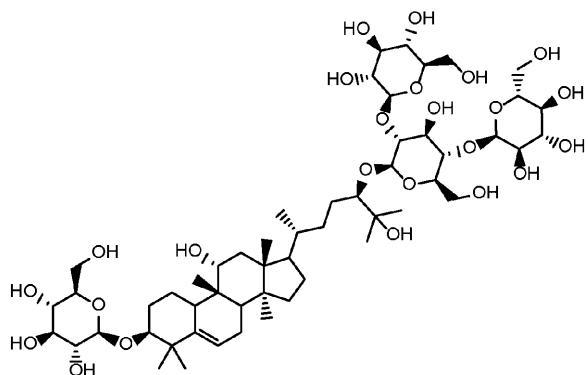
【補正の内容】

【0394】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + 30 μL の D₂O)、選択されたシグナル: 5.87 (d, J = 3.9 Hz, 1H, G4 - 1H), 5.44 (m, 1H, H-6, HDOピークと合わさっている), 5.39 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G2 - 1H), 4.94 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.79 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3 - 1H), 3.82 (d, J = 8.4 Hz, 1H, 24 - H), 3.55 (s, 1H, 3 - H), 1.46 (s, 3H, 28 - Me), 1.43 (s, 3H, 26 - Me), 1.37 (s, 3H, 27 - Me), 1.27 (s, 3H, 19 - Me), 1.17 (s, 3H, 29 - Me), 1.06 (d, J = 6.3 Hz, 3H, 3H, 21 - Me), 0.94 (s, 3H, 30 - Me) および 0.85 (s, 3H, 18 - Me); ESI-MS 1123.66 (M - H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例21: 化合物10の酵素による产生)

【化191】



【手続補正35】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0396

【補正方法】変更

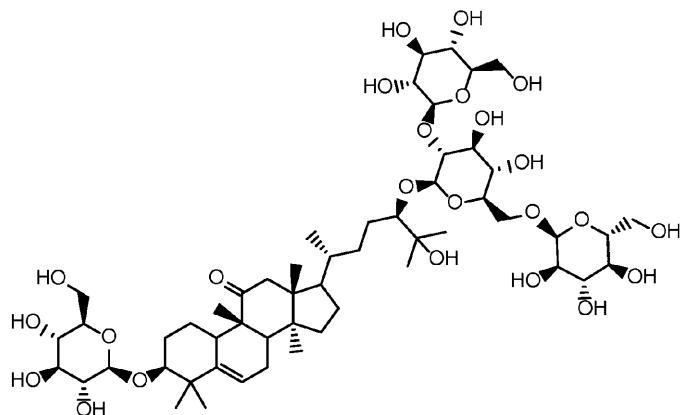
【補正の内容】

【0396】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + 30 μL の D₂O)、選択されたシグナル: 5.83 (d, J = 3.9 Hz, 1H, G4 - 1H), 5.44 (m, 1H, H-6, HDOピークと合わさっている), 5.35 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G2 - 1H), 5.00 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.74 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3 - 1H), 3.69 (d, J = 8.5 Hz, 1H, 24 - H), 3.59 (s, 1H, 3 - H), 1.48 (s, 3H, 28 - Me), 1.45 (s, 3H, 26 - Me), 1.41 (s, 3H, 27 - Me), 1.26 (s, 3H, 19 - Me), 1.09 (s, 3H, 29 - Me), 1.01 (d, J = 6.3 Hz, 3H, 3H, 21 - Me), 0.83 (s, 3H, 30 - Me) および 0.82 (s, 3H, 18 - Me); ESI-MS 1123.78 (M - H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例22: 化合物11の酵素による产生)

【化192】



【手続補正36】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0398

【補正方法】変更

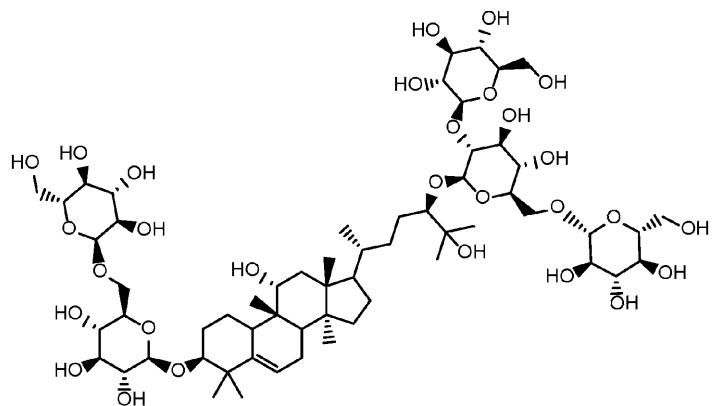
【補正の内容】

【0398】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル : 5.44 (m, 2H, 6 - H & G2 - 1H, HDOと合わさっている), 5.37 (d, J = 3.6 Hz, 1H, G3 - 1H), 4.87 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.80 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4 - 1H), 3.72 (dd, J = 8.9, 2.1 Hz, 1H, 24 - H), 3.58 (s, 1H, 3 - H), 1.48 (s, 3H, 29 - Me), 1.43 (s, 3H, 27 - Me), 1.31 (s, 3H, 26 - Me), 1.10 (s, 3H, 19 - Me), 1.04 (s, 3H, 28 - Me), 0.94 (d, J = 5.9 Hz, 6H, 30 および 21 - Me), 0.67 (s, 3H, 18 - Me); ESI-MS 1123.65 (M+H)⁺, 1121.70 (M-H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₀O₂₄。

(実施例23：化合物12の酵素による产生)

【化193】



【手続補正37】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0400

【補正方法】変更

【補正の内容】

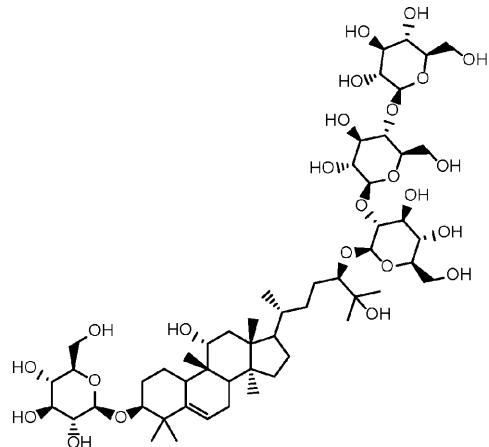
【0400】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル : 5.52 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3 - 1H), 5.45 (m, 1H, 6 - H, H

D O ピークと合わさっている) , 5 . 3 8 (d , J = 3 . 7 H z , 1 H , G 5 - 1 H) , 4 . 8 1 (d , J = 5 . 7 H z , 1 H , G 4 - 1 H) , 4 . 7 9 (d , J = 4 . 7 H z , 1 H , G 1 - 1 H) , 4 . 7 0 (d , J = 7 . 7 H z , 1 H , G 2 - 1 H) , 3 . 6 9 (d , J = 8 . 8 H z , 1 H , 2 4 - H) , 3 . 6 0 (s , 1 H , 3 - H) , 1 . 4 9 (s , 3 H , 2 8 - M e) , 1 . 4 2 (s , 3 H , 2 6 - M e) , 1 . 2 8 (s , 6 H , 1 9 & 2 7 - M e) , 1 . 0 9 (s , 3 H , 2 9 - M e) , 1 . 0 2 (d , J = 6 . 3 H z , 3 H , 2 1 - M e) , 0 . 8 8 (s , 3 H , 3 0 - M e) , 0 . 8 5 (s , 3 H , 1 8 - M e) ; E S I - M S 1 2 8 5 . 9 4 (M - H) ⁻ ; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例 24 : 化合物 13 の酵素による產生)

【化 194】



【手続補正 38】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 4 0 2

【補正方法】変更

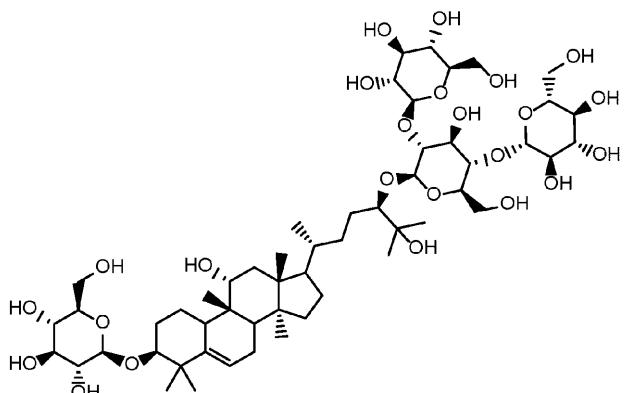
【補正の内容】

【0 4 0 2】

¹ H N M R (4 0 0 M H z , ピリジン - d₅ + D₂O) 、選択されたシグナル : 5 . 4 5 (m , 1 H , H - 6 , H D O ピークと合わさっている) , 5 . 3 6 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 2 - 1 H) , 5 . 0 7 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 4 - 1 H) , 5 . 0 0 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 1 - 1 H) , 4 . 7 6 (d , J = 7 . 8 H z , 1 H , G 3 - 1 H) , 3 . 8 8 (d , J = 8 . 0 H z , 1 H , 2 4 - H) , 3 . 5 6 (s , 1 H , 3 - H) , 1 . 4 8 (s , 3 H , 2 9 - M e) , 1 . 4 5 (s , 3 H , 2 6 - M e) , 1 . 4 1 (s , 3 H , 2 7 - M e) , 1 . 2 7 (s , 3 H , 1 9 - M e) , 1 . 0 9 (s , 3 H , 2 8 - M e) , 1 . 0 1 (d , J = 6 . 3 H z , 3 H , 2 1 - M e) , 0 . 8 3 (s , 3 H , 3 0 - M e) , 0 . 8 2 (s , 3 H , 1 8 - M e) ; E S I - M S 1 1 2 3 . 8 5 (M - H) ⁻ ; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例 25 : 化合物 14 の酵素による產生)

【化195】



【手続補正39】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0404

【補正方法】変更

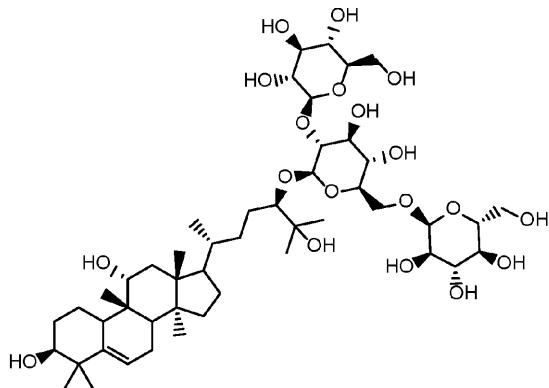
【補正の内容】

【0404】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.44 (m, 1H, H-6, HDOピークと合わさっている), 5.38 d, J = 7.8 Hz, 1H, G2 - 1H), 4.99 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G3 - 1H), 4.89 (d, J = 7.6 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.82 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4 - 1H), 3.78 (m, 1H, 24 - H), 3.62 (s, 1H, 3 - H), 1.49 (s, 3H, 28 - Me), 1.42 (s, 3H, 26 - Me), 1.38 (s, 3H, 27 - Me), 1.27 (s, 3H, 19 - Me), 1.10 (s, 3H, 29 - Me), 0.99 (d, J = 6.3 Hz, 3H, 21 - Me), 0.85 (s, 3H, 30 - Me), 0.82 (s, 3H, 18 - Me); ESI-MS 1147.57 (M + Na)⁺, 1123.65 (M - H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例26：化合物15の酵素による产生)

【化196】



【手続補正40】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0406

【補正方法】変更

【補正の内容】

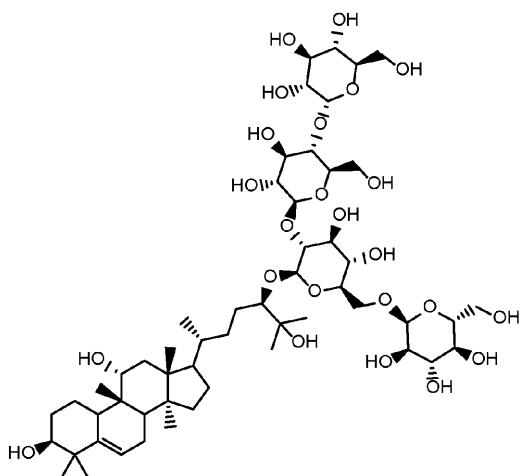
【0406】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.58 (d, J = 5.9 Hz, 1H, 6 - H), 5.45 (m, 1H, G2 - 1H; HDOと合わさっている), 5.37 (d, J = 3.6 Hz, 1H, G3 - 1H), 4.8

7 (d , J = 7 . 7 Hz , 1 H , G 1 - 1 H) , 3 . 7 2 (d , J = 8 . 6 Hz , 1 H , 2 4 - H) , 3 . 6 9 (s , 1 H , 3 - H) , 1 . 4 2 (s , 3 H , 2 6 - Me) , 1 . 3 7 (s , 3 H , 2 8 - Me) , 1 . 3 3 (s , 3 H , 1 9 - Me) , 1 . 3 0 (s , 3 H , 2 7 - Me) , 1 . 1 3 (s , 3 H , 2 9 - Me) , 1 . 0 2 (d , J = 6 . 4 Hz , 3 H , 2 1 - Me) , 0 . 9 2 (s , 3 H , 3 0 - Me) , 0 . 8 5 (s , 3 H , 1 8 - Me) ; E S I - M S 9 6 3 . 9 4 (M + H) ⁺ , 9 6 1 . 6 9 (M - H) ⁻ ; 分子式 C₄₈H₈₂O₁₉。

(実施例 27：化合物 16 の酵素による產生)

【化 197】



【手続補正 41】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0408

【補正方法】変更

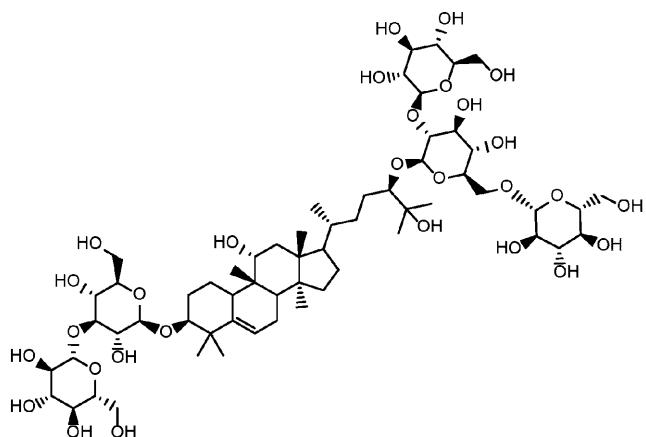
【補正の内容】

【0408】

¹ H N M R (4 0 0 M H z , ピリジン - d₅ + D₂O) 、選択されたシグナル : 5 . 8 2 (d , J = 3 . 9 Hz , 1 H) , 5 . 5 8 (m , 1 H) , 5 . 4 0 (m , 1 H , H D O ピークと合わさっている) , 5 . 3 2 (d , J = 3 . 8 Hz , 1 H) , 4 . 8 7 (d , J = 7 . 5 Hz , 1 H) , 3 . 6 9 (m , 2 H) , 1 . 4 6 (s , 3 H) , 1 . 3 7 (s , 3 H) , 1 . 3 3 (s , 3 H) , 1 . 3 2 (s , 3 H) , 1 . 1 3 (s , 3 H) , 1 . 0 2 (d , J = 6 . 4 Hz , 3 H) , 0 . 9 3 (s , 3 H) , 0 . 8 5 (s , 3 H) ; 1 3 C N M R (1 0 1 M H z , ピリジン - d₅ + D₂O) 1 4 4 . 1 6 , 1 1 9 . 0 7 , 1 0 5 . 0 5 , 1 0 3 . 5 5 , 1 0 3 . 1 7 , 9 9 . 7 5 , 9 1 . 8 8 , 8 2 . 0 6 , 8 1 . 6 2 , 7 8 . 6 1 , 7 8 . 3 8 , 7 8 . 0 7 , 7 7 . 9 0 , 7 6 . 2 3 , 7 5 . 7 0 , 7 5 . 5 3 , 7 5 . 1 3 , 7 5 . 0 6 , 7 4 . 5 0 , 7 4 . 2 8 , 7 3 . 3 6 , 7 2 . 6 7 , 7 2 . 4 3 , 7 2 . 1 7 , 7 1 . 6 3 , 7 1 . 4 2 , 6 7 . 9 3 , 6 3 . 2 5 , 6 2 . 5 6 , 6 1 . 6 3 , 5 0 . 7 0 , 4 9 . 7 0 , 4 7 . 4 1 , 4 3 . 5 8 , 4 2 . 2 6 , 4 0 . 9 0 , 4 0 . 1 6 , 3 6 . 7 3 , 3 6 . 5 0 , 3 4 . 5 4 , 3 3 . 5 1 , 3 0 . 6 3 , 2 8 . 9 7 , 2 8 . 5 6 , 2 7 . 2 6 , 2 6 . 7 8 , 2 6 . 7 2 , 2 6 . 2 2 , 2 5 . 8 9 , 2 5 . 0 4 , 2 4 . 6 2 , 1 9 . 4 9 , 1 9 . 1 0 , 1 7 . 0 6 ; E S I - M S 1 1 2 3 . 8 9 (M - H) ⁻ ; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例 28：化合物 17 の酵素による產生)

【化198】



【手続補正42】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0410

【補正方法】変更

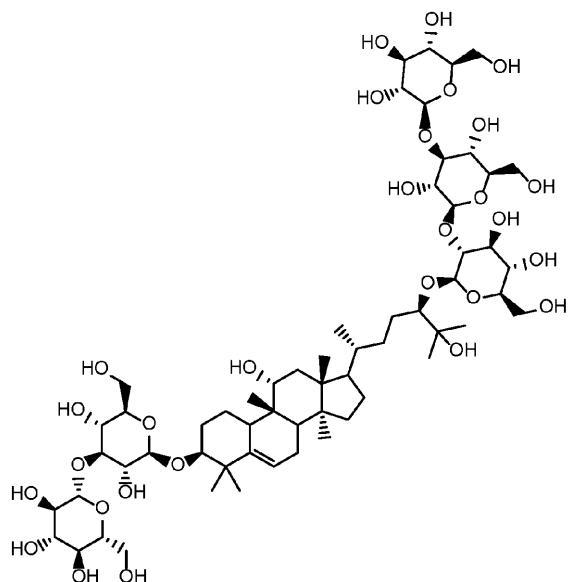
【補正の内容】

【0410】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.51 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G2 - 1H), 5.44 (m, 1H, 6-H, H
 DOピークと合わさっている), 5.31 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G5 - 1H),
 4.85 (dd, J = 7.5, 2.5 Hz, 2H, G1 - 1H), 4.79 (d, J = 8.
 0 Hz, 1H, G3 - 1H), 4.77 (d, J = 8.6 Hz, 1H, G4 - 1H),
 3.71 (d, J = 9.1 Hz, 1H, 24-H), 3.58 (s, 1H, 3-H), 1.
 48 (s, 3H, 28-Me), 1.42 (s, 3H, 26-Me), 1.29 (s,
 3H, 27-Me), 1.27 (s, 3H, 19-Me), 1.10 (s, 3H, 29-
 Me), 1.03 (d, J = 6.3 Hz, 3H, 21-Me), 0.89 (s, 3H, 30-
 Me), 0.86 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1309.65 (M+
 Na)⁺, 1285.72 (M-H)⁻；分子式C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例29：化合物18の酵素による産生)

【化199】



【手続補正43】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 4 1 2

【補正方法】 変更

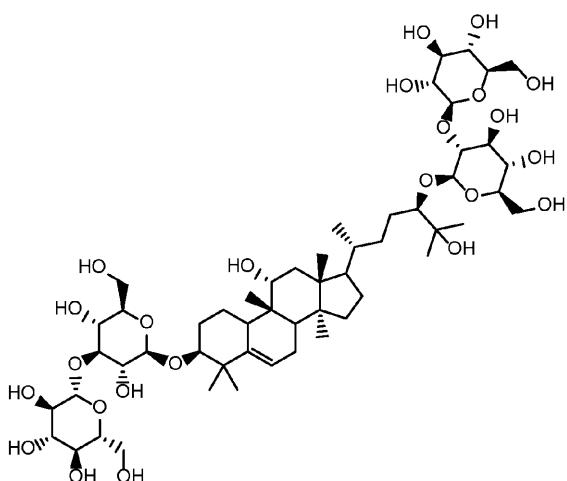
【補正の内容】

【0 4 1 2】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル: 5.55 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G2 - 1H), 5.44 (m, 1H, 6-H, HDOピークと合わさっている), 5.32 (d, J = 8.0 Hz, 1H, G4 - 1H), 5.29 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G5 - 1H), 4.99 (d, J = 7.1 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.78 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3 - 1H), 3.89 (m, 1H, 24-H), 3.60 (s, 1H, 3-H), 1.48 (s, 3H, 28-Me), 1.43 (s, 3H, 26-Me), 1.39 (s, 3H, 27-Me), 1.25 (s, 3H, 19-Me), 1.08 (s, 3H, 29-Me), 1.01 (d, J = 6.2 Hz, 3H, 21-Me), 0.83 (s, 3H, 30-Me), 0.82 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1285.91 (M - H)⁺; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例 30 : 化合物 19 の酵素による產生)

【化 2 0 0】



【手続補正 4 4】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 4 1 4

【補正方法】 変更

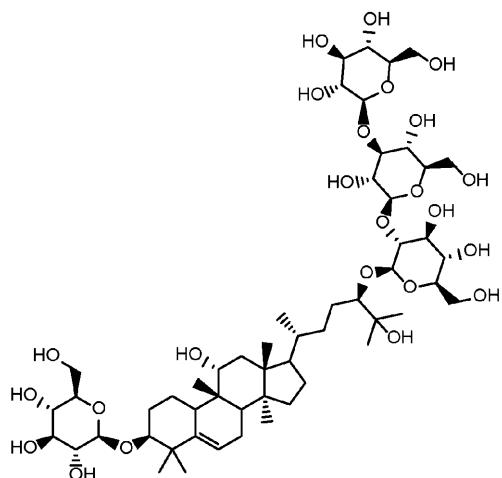
【補正の内容】

【0 4 1 4】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル: 5.44 (m, 1H, 6-H, HDOピークと合わさっている), 5.36 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G2 - 1H), 5.31 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G4 - 1H), 5.00 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.78 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3 - 1H), 3.87 (d, J = 7.9 Hz, 1H, 24-H), 3.59 (s, 1H, 3-H), 1.48 (s, 3H, 28-Me), 1.45 (s, 3H, 26-Me), 1.41 (s, 3H, 27-Me), 1.26 (s, 3H, 19-Me), 1.10 (s, 3H, 29-Me), 1.01 (d, J = 6.3 Hz, 3H, 21-Me), 0.83 (s, 3H, 30-Me), 0.82 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1125.68 (M H)⁺, 1123.74 (M - H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例 31 : 化合物 20 の酵素による產生)

【化 2 0 1】



【手続補正 4 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 4 1 6

【補正方法】変更

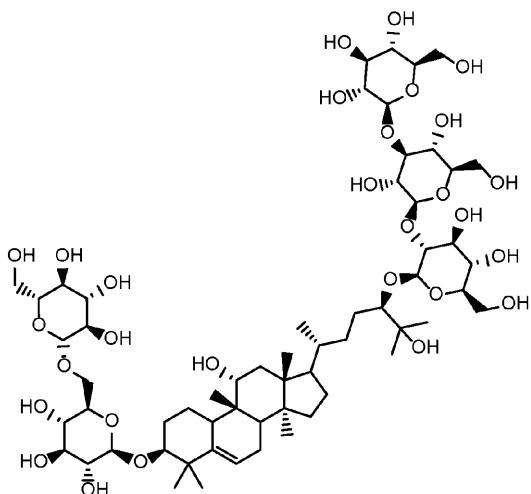
【補正の内容】

【0 4 1 6】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル : 5.56 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G2 - 1H), 5.43 (m, 1H, 6 - H, HDOピークと合わさっている), 5.29 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G4 - 1H,), 4.99 (d, J = 7.0 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.83 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3 - 1H), 3.63 (s, 1H, 3 - H), 1.50 (s, 3H, 28 - Me), 1.44 (s, 3H, 26 - Me), 1.39 (s, 3H, 27 - Me), 1.27 (s, 3H, 19 - Me), 1.09 (s, 3H, 29 - Me), 1.02 (d, J = 6.3 Hz, 3H, 21 - Me), 0.83 (br s, 6H, 18 & 30 - Me); ESI-MS 1125.96 (M+H)⁺, 1123.91 (M-H)⁻; 分子式 C₅₄H₉₂O₂₄。

(実施例 32 : 化合物 21 の酵素による产生)

【化 2 0 2】



【手続補正 4 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 4 2 0

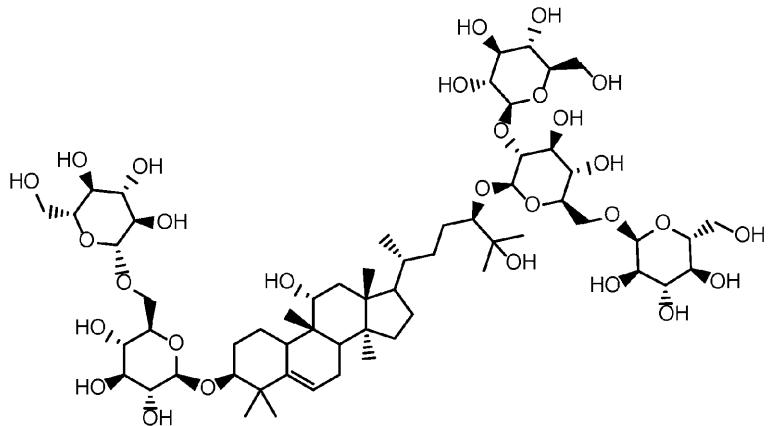
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0420】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.44 (m, 1H, 6-H, HDOピークと合わさっている), 5.19 (dd, J = 7.8, 1.9 Hz, 1H, G5 - 1H), 5.10 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G4 - 1H), 4.95 (d, J = 7.7 Hz, 1H, G2 - 1H), 4.82 (d, J = 7.9 Hz, 1H, G1 - 1H), 4.77 (d, J = 7.8 Hz, 1H, G3 - 1H), 3.70 (m, 2H, 24および3-H), 1.47 (s, 3H, 28-Me), 1.35 (s, 3H, 26-Me), 1.29 (s, 6H, 27および19-Me), 1.07 (s, 3H, 29-Me), 0.91 (d, J = 6.2 Hz, 3H, 21-Me), 0.85 (s, 3H, 30-Me), 0.77 (s, 3H, 18-Me); ESI-MS 1287.76 (M+)⁺, 1285.95 (M-H)⁻; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。
 (実施例34：化合物23の単離と酵素による产生)

【化204】



【手続補正47】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0426

【補正方法】変更

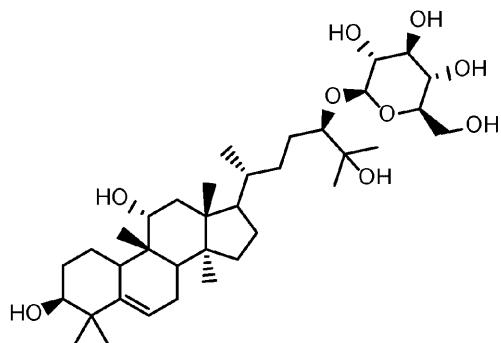
【補正の内容】

【0426】

モグロシドIIIA2 : 1H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5.45 (m, 1H, HDOピークと合わさっている), 5.10 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.77 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 3.75 (dd, J = 9.0, 2.5 Hz, 1H), 3.67 (d, J = 2.9 Hz, 1H), 1.52 (s, 3H), 1.49 (s, 2H), 1.47 (s, 3H), 1.28 (s, 3H), 1.07 (s, 3H), 0.98 (d, J = 6.1 Hz, 3H), 0.83 (s, 3H), 0.81 (s, 3H); ESI-MS 801.64 (M+)⁺, 799.65 (M-H)⁻；分子式 C₄₂H₇₂O₁₄。

(実施例37：ViscozymeからのモグロシドIIAの酵素による产生)

【化206】



【手続補正48】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0428

【補正方法】変更

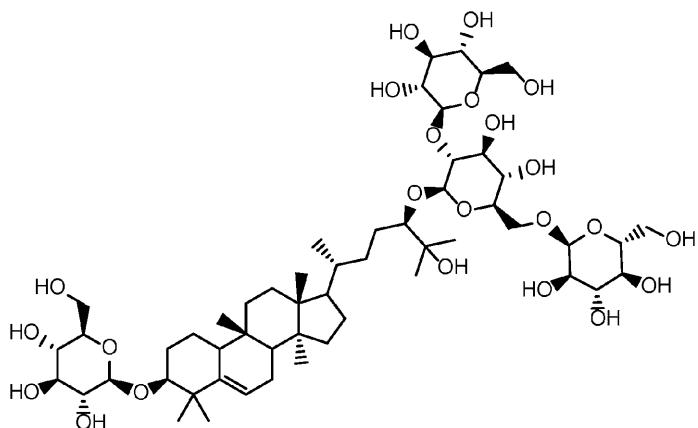
【補正の内容】

【0428】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5.61 (d, J = 6.0 Hz, 1H), 4.97 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 3.86 (m, 1H), 3.73 (d, J = 2.8 Hz, 1H), 1.42 (s, 3H), 1.40 (s, 3H), 1.38 (s, 3H), 1.34 (s, 3H), 1.16 (s, 3H), 0.94 (d, J = 6.4 Hz, 3H), 0.87 (s, 3H), 0.85 (s, 3H); ESI-MS 639.39 (M+), 637.58 (M-H)⁻，分子式 C₃₆H₆₂O₉。

(実施例38：化合物24の酵素による产生)

【化207】



【手続補正49】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0430

【補正方法】変更

【補正の内容】

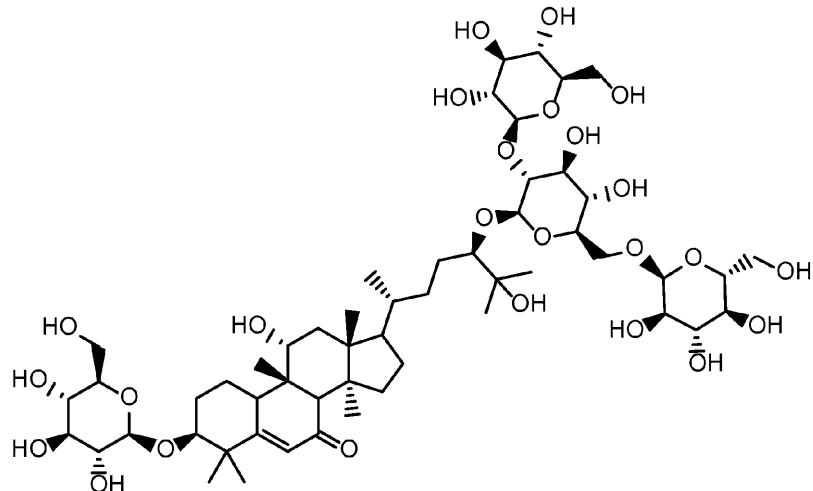
【0430】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5.52 (1H, m, HDOと合わさっている), 5.48 (m, 1H), 5.44 (d, J = 3.7 Hz, 1H), 4.95 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.89 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 3.81 (m, 1H), 3.68 (d, J = 3.3 Hz, 1H), 1.54 (s, 3H), 1.50 (s, 3H), 1.39 (s, 3H), 1.09 (d, J = 8.4 Hz, 6H), 0.87 (s, 3H), 0.83 (s, 3H), 0.81 (s, 3H)。

s, 3 H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン-d₅+D₂O) 143.2
 3, 118.86, 107.17, 105.20, 103.35, 99.81
 , 91.39, 87.71, 81.89, 78.50, 78.32, 78.
 07, 75.68, 75.31, 75.03, 74.13, 73.82, 7
 2.73, 72.14, 72.05, 71.62, 71.45, 67.61,
 63.24, 62.82, 62.58, 50.81, 49.37, 46.4
 6, 46.44, 43.78, 41.77, 38.51, 36.50, 35
 .03, 34.60, 33.58, 32.58, 30.75, 29.00,
 28.38, 28.24, 26.74, 25.92, 24.96, 24.55
 , 22.72, 19.22, 18.11, 15.68; ESI-MS 1109
 .77 (M+)⁺, 1107.73 (M-H)⁻, 分子式 C₅₄H₉₂O₂₃。

(実施例 39: 化合物 25 の酵素による产生)

【化 208】



【手続補正 50】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0432

【補正方法】変更

【補正の内容】

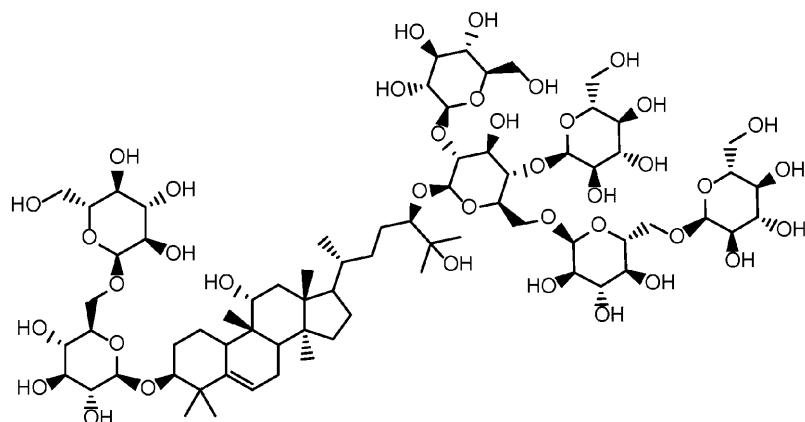
【0432】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅+D₂O)、選択されたシグナル:
 6.24 (d, J = 1.5 Hz, 1 H), 5.5 (m, 1 H, HDO ピークと合わさっている), 5.36 (d, J = 3.7 Hz, 1 H), 4.86 (d, J = 7.7 Hz, 1 H), 4.80 (d, J = 7.8 Hz, 1 H), 3.70 (d, J = 5.9 Hz, 2 H), 1.50 (s, 3 H), 1.41 (s, 3 H), 1.29 (s, 3 H), 1.21 (s, 3 H), 1.17 (s, 3 H), 1.02 (d, J = 6.2 Hz, 3 H), 0.93 (s, 3 H), 0.84 (s, 3 H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン-d₅+D₂O) 200.60, 170.03, 123.51, 105.47, 103.65, 102.12, 98.40, 90.39, 86.54, 77.13, 76.93, 76.64, 75.37, 74.33, 74.24, 73.78, 73.61, 72.72, 72.52, 72.41, 71.30, 70.73, 70.63, 70.06, 66.21, 61.78, 61.29, 61.15, 58.64, 49.13, 47.22, 45.65, 42.53, 39.20, 39.01, 37.82, 35.55, 33.10, 32.12, 27.96, 27.46, 27.19, 26.15, 25.73, 25.27, 25.21, 24.16, 23.45, 18.30, 17.60, 15.36; ESI-MS 1139.47 (M+)⁺, 1137.85 (M-H)⁻

, 分子式 C₅₄H₉₀O₂₅。

(実施例 40 : 化合物 26 の酵素による产生)

【化 209】



【手続補正 51】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0434

【補正方法】変更

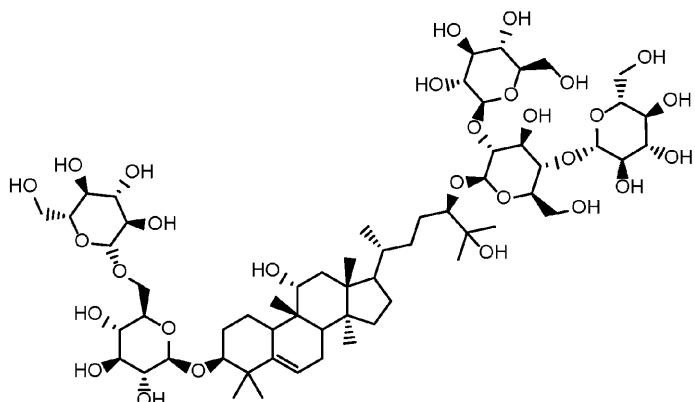
【補正の内容】

【0434】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.73 (d, J = 4.0 Hz, 1H), 5.44 (m, 2H, HDO ピークと合わさっている), 5.36 (d, J = 3.7 Hz, 1H), 5.32 (d, J = 3.7 Hz, 1H), 5.28 (d, J = 3.7 Hz, 1H), 4.83 (d, J = 6.5 Hz, 1H), 4.81 (m, 1H), 3.70 (d, J = 8.3 Hz, 1H), 3.61 (s, 1H), 1.49 (s, 3H), 1.40 (s, 3H), 1.28 (d, J = 2.7 Hz, 5H), 1.09 (s, 3H), 1.01 (d, J = 6.2 Hz, 3H), 0.87 (s, 2H), 0.84 (s, 2H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O) 144.29, 118.50, 107.17, 105.18, 103.49, 101.95, 99.78, 99.73, 99.63, 91.69, 87.91, 85.40, 81.83, 78.54, 78.33, 78.09, 78.00, 77.87, 75.73, 75.43, 75.31, 74.29, 74.14, 73.57, 73.50, 72.71, 72.20, 71.95, 71.83, 71.68, 71.59, 71.45, 71.16, 67.51, 67.44, 67.37, 63.29, 62.77, 62.52, 62.03, 50.77, 49.68, 47.41, 43.52, 42.38, 40.89, 40.09, 36.74, 36.56, 34.55, 33.50, 29.50, 28.55, 27.68, 26.87, 26.73, 26.32, 24.92, 24.57, 19.47, 19.12, 17.06; ESI-MS 1612.44 (M+), 1610.4 (M-H)⁻，分子式 C₅₂H₉₂O₃₉。

(実施例 41 : 化合物 27 の単離)

【化 2 1 0】



【手続補正 5 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 4 3 6

【補正方法】変更

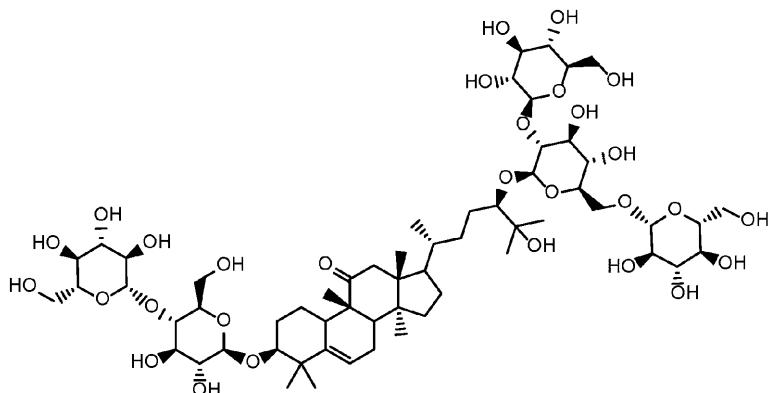
【補正の内容】

【0 4 3 6】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5 . 48 (m, 1 H, HDO ピークと合わさっている), 5 . 35 (d, J = 7 . 9 Hz, 1 H), 5 . 24 (d, J = 7 . 8 Hz, 1 H), 5 . 04 (d, J = 7 . 8 Hz, 1 H), 4 . 97 (d, J = 7 . 8 Hz, 1 H), 4 . 82 (d, J = 7 . 8 Hz, 1 H), 3 . 61 (s, 1 H), 1 . 48 (s, 3 H), 1 . 42 (s, 3 H), 1 . 37 (s, 3 H), 1 . 27 (s, 3 H), 1 . 08 (s, 3 H), 1 . 01 (d, J = 6 . 2 Hz, 3 H), 0 . 82 (brs, 6 H); ESI-MS 1287 . 94 (M+H)⁺, 1285 . 85 (M-H)⁻, 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例 4 2：化合物 28 の単離)

【化 2 1 1】



【手続補正 5 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 4 3 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

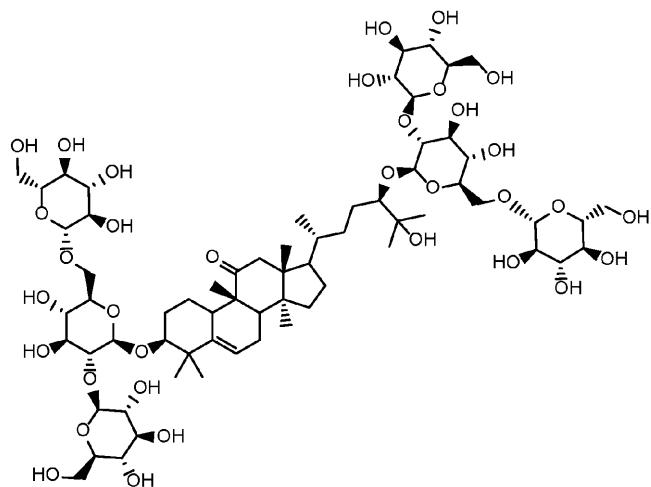
【0 4 3 8】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5 . 53 (d, J = 7 . 8 Hz, 1 H), 5 . 45 (m, 1 H), 5 . 14 (d, J = 7 . 9 Hz, 1 H), 4 . 85 (m, 2 H), 4 . 79 (d, J = 7 . 7 Hz, 1 H), 4 . 75 (d, J = 7 . 8 Hz, 1 H), 3 . 70 (m, 1 H), 3 . 53 (brs, 1 H), 1 . 47 (s, 3 H), 1 . 43 (s, 3 H), 1 . 30 (s, 3 H), 1 . 10 (s, 3 H)。

s, 3 H), 1.04 (s, 3 H), 0.96 (br d, J = 6.5 Hz, 6 H), 0.68 (s, 3 H); 13C NMR (101 MHz, ピリジン-d₅ + D₂O) 214.54, 141.08, 118.58, 106.69, 104.78, 104.65, 103.78, 92.48, 87.21, 81.31, 81.19, 78.57, 78.34, 78.29, 78.22, 78.07, 77.93, 77.69, 76.58, 76.35, 76.18, 75.72, 75.16, 74.76, 72.78, 72.17, 71.31, 71.21, 70.06, 63.17, 62.37, 62.23, 61.97, 49.74, 49.69, 48.99, 48.77, 43.93, 41.93, 36.15, 35.82, 34.52, 33.09, 28.97, 28.27, 26.92, 25.78, 24.54, 24.04, 22.05, 20.23, 18.73, 18.38, 17.04; ESI-MS 1285.9 (M+H)⁺, 1283.78 (M-H)⁻, 分子式 C₆₀H₁₀₀O₂₉。

(実施例 43 : 11-オキソ-モグロシドVIの単離)

【化212】



【手続補正54】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0440

【補正方法】変更

【補正の内容】

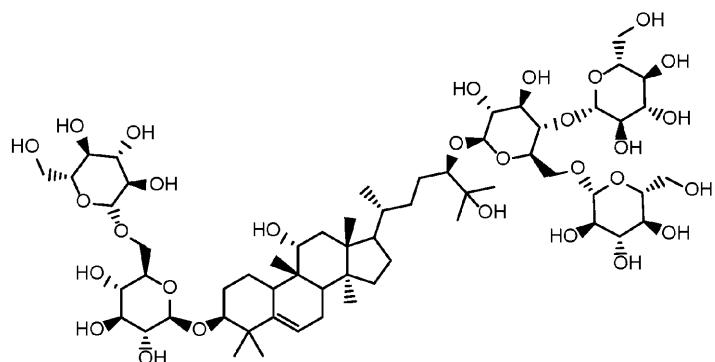
【0440】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + D₂O) 5.73 (d, J = 5.3 Hz, 1 H), 5.54 (d, J = 7.8 Hz, 1 H), 5.42 (m, 1 H, H D₂O ピークと合わさっている), 5.27 (d, J = 7.7 Hz, 1 H), 5.07 (d, J = 7.8 Hz, 1 H), 4.81 (d, J = 7.8 Hz, 1 H), 4.78 (d, J = 8.2 Hz, 1 H), 3.72 (m, 1 H), 3.63 (s, 1 H), 1.46 (s, 3 H), 1.44 (s, 3 H), 1.31 (d, J = 2.7 Hz, 3 H), 1.23 (s, 3 H), 0.97 (m, 9 H), 0.68 (s, 3 H); 13C NMR (101 MHz, ピリジン) 214.64, 140.98, 118.93, 106.43, 105.29, 104.92, 104.74, 104.54, 103.82, 92.48, 85.70, 81.63, 81.31, 78.67, 78.45, 78.38, 78.27, 78.20, 77.78, 77.63, 77.09, 76.95, 76.42, 75.79, 75.25, 75.07, 72.82, 72.22, 71.61, 71.39, 71.34, 70.14, 63.26, 62.63, 62.61, 62.42, 49.76, 49.56, 49.26, 49.07, 43.98, 41.79, 40.71, 36.

0.4, 2.8, 1.2, 2.7, 0.1, 2.5, 8.6, 2.4, 6.1, 2.0, 2.6, 1
 8.83, 1.8, 3.2, 1.7, 1.2; ESI-MS, 1447.48 (M-H)⁺, 1
 445.96 (M-H)⁻; 分子式 C₆H₁₁O₃。

(実施例 44 : 化合物 29 の単離)

【化 213】



【手続補正 55】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0442

【補正方法】変更

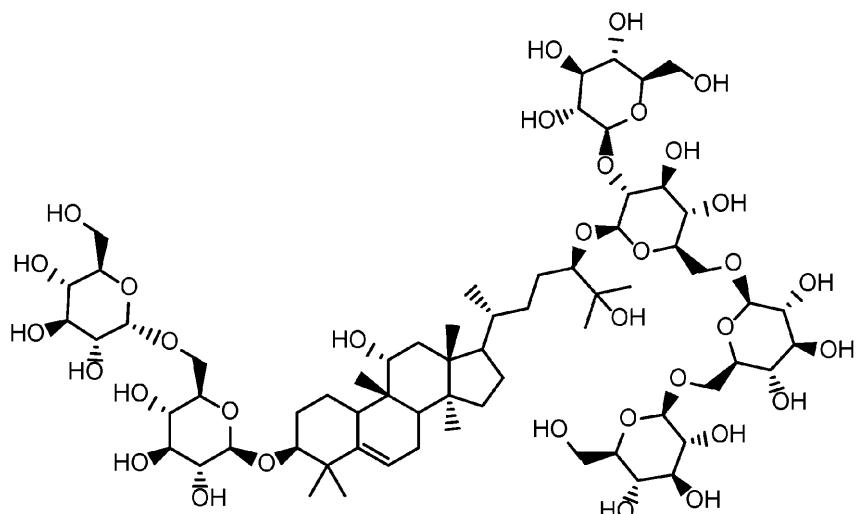
【補正の内容】

【0442】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.48 (d, J = 7.8 Hz, 2H), 5.13 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.
 86 (d, J = 7.5 Hz, 1H), 4.82 (m, 1H), 4.78 (t, J = 7.4
 Hz, 2H), 4.73 (m, 1H), 3.72 (d, J = 9.2 Hz, 1H), 3.6
 8 (s, 1H), 1.46 (d, J = 2.0 Hz, 3H), 1.43 (s, 3H), 1.
 30 (s, 6H), 1.24 (s, 2H), 1.13 (d, J = 6.2 Hz, 2H), 1
 .03 (s, 3H), 0.82 (s, 3H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン
 - d₅ + D₂O) 142.99, 119.23, 106.84, 105.10
 , 104.99, 104.67, 103.73, 92.45, 87.25,
 81.54, 78.50, 78.34, 78.31, 78.21, 78.08
 , 77.73, 77.29, 76.35, 75.68, 75.18, 75.
 01, 72.80, 72.25, 72.04, 71.54, 71.40, 7
 1.32, 71.19, 69.99, 63.32, 62.58, 62.39,
 51.45, 49.77, 45.73, 41.85, 41.82, 40.6
 3, 39.89, 39.16, 36.56, 35.22, 33.40, 29
 .30, 28.39, 28.18, 26.96, 25.86, 24.70,
 24.54, 23.93, 22.97, 19.15, 18.23, 18.08
 ; ESI-MS 1287.84 (M-H)⁺, 1285.89 (M-H)⁻, 分子式 C₆
 H₁₀O₂。

(実施例 45 : 化合物 30 の単離)

【化 2 1 4】



【手続補正 5 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 4 4 4

【補正方法】変更

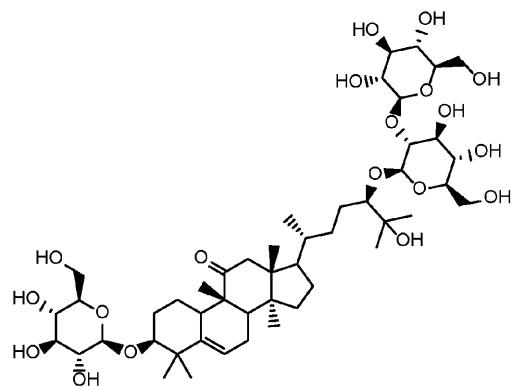
【補正の内容】

【0 4 4 4】

¹ H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル : 5.50 (m, 1H), 5.45 (m, 1H, HDOピークと合わさっている), 5.41 (d, J = 3.6 Hz, 1H), 4.98 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.84 (m, 2H), 4.79 (d, J = 7.7 Hz, 1H), 4.74 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 3.70 (d, J = 9.1 Hz, 1H), 3.61 (brs, 1H), 1.45 (s, 3H), 1.42 (s, 3H), 1.28 (s, 6H), 1.03 (d, J = 8.5 Hz, 6H), 0.86 (s, 3H), 0.84 (s, 3H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O) 144.38, 118.36, 106.80, 105.19, 104.87, 104.63, 103.75, 100.00, 92.49, 87.48, 81.36, 78.52, 78.25, 78.04, 77.86, 77.66, 76.97, 76.31, 76.12, 75.66, 75.14, 75.02, 74.74, 73.85, 73.71, 72.85, 72.76, 72.19, 71.75, 71.58, 71.29, 71.14, 70.03, 67.75, 63.26, 62.34, 50.80, 49.62, 47.37, 43.45, 42.26, 40.76, 40.07, 36.62, 36.31, 34.49, 33.26, 29.17, 28.52, 27.58, 26.94, 26.89, 26.24, 24.49, 19.40, 19.07, 17.02; ESI-MS, 1447.89 (M - H)⁻; 分子式 C₆₆H₁₁₂O₃₄。

(実施例 4 6 : 11-オキソ-MIIIE の単離)

【化215】



【手続補正57】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0446

【補正方法】変更

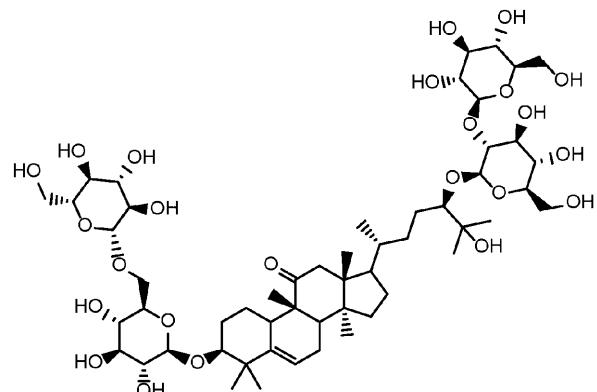
【補正の内容】

【0446】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.42 (m, 1H, HDOピークと合わさっている), 5.37 (d, J = 8.0 Hz, 1H), 4.99 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.80 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 3.59 (brs, 1H), 1.49 (s, 3H), 1.46 (s, 3H), 1.42 (s, 3H), 1.10 (s, 3H), 1.05 (s, 3H), 0.94 (s, 3H), 0.92 (s, 3H), 0.66 (s, 3H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン) 214.54, 141.22, 118.61, 107.16, 105.64, 102.35, 88.85, 87.22, 82.90, 78.50, 78.39, 78.14, 78.03, 75.96, 75.34, 75.22, 72.51, 71.96, 71.58, 71.34, 71.19, 63.05, 62.76, 62.38, 49.70, 49.62, 49.05, 47.40, 43.97, 42.40, 42.03, 36.45, 35.92, 34.56, 28.36, 27.00, 25.89, 25.61, 20.30, 18.77, 18.36, 17.04; ESI-MS 961.85 (M+), 959.9 (M-H)⁻，分子式C₄₈H₈₀O₁₉。

(実施例47：11-オキソ-MIV_Eの単離)

【化216】



【手続補正58】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0448

【補正方法】変更

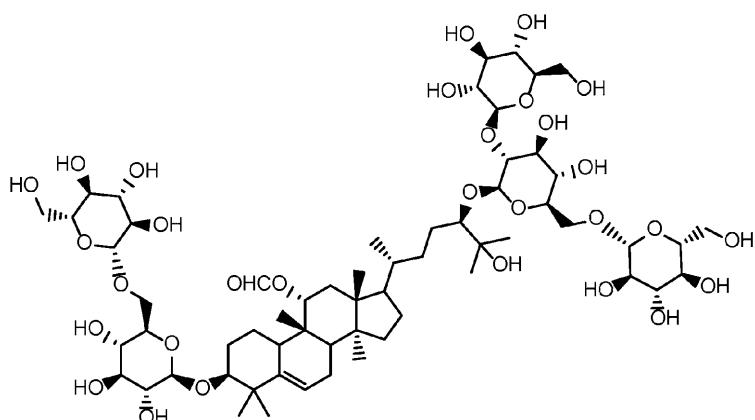
【補正の内容】

【0448】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 5.44 (m, 2H, HDOピークと合わさっている), 4.85 (m, 2H), 4.80 (d, J = 7.7 Hz, 2H), 3.71 (m, 1H), 3.58 (d, J = 2.6 Hz, 1H), 1.49 (s, 3H), 1.43 (s, 3H), 1.30 (s, 3H), 1.11 (s, 3H), 1.04 (s, 3H), 0.96 (m, 6H), 0.68 (s, 3H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O) 214.51, 141.18, 118.54, 107.10, 104.83, 104.67, 103.79, 92.49, 87.17, 81.21, 78.58, 78.33, 78.24, 78.08, 77.70, 76.37, 75.74, 75.30, 75.18, 72.79, 72.18, 71.54, 71.30, 71.22, 70.08, 63.19, 62.71, 62.38, 49.74, 49.70, 49.50, 49.00, 48.78, 43.95, 41.98, 36.17, 35.86, 34.54, 28.31, 26.94, 25.84, 24.56, 20.27, 18.75, 18.39, 17.04; ESI-MS 1123.88 (M+)⁺, 1121.89 (M-H)⁻, 分子式 C₅₄H₉₀O₂₄。

(実施例48：モグロシドVギ酸エステルの単離)

【化217】



【手続補正59】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0450

【補正方法】変更

【補正の内容】

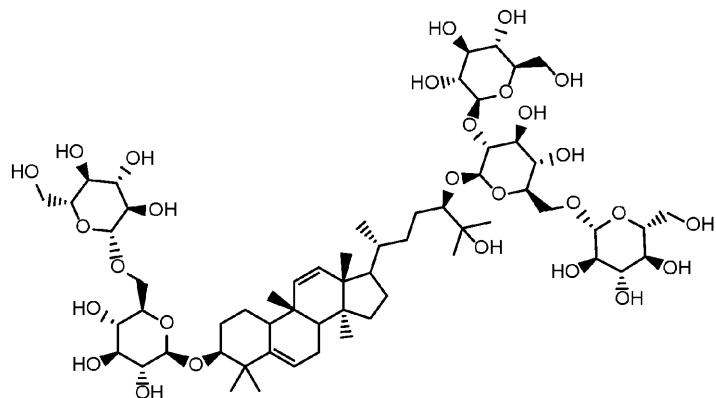
【0450】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O)、選択されたシグナル：
 8.50 (s, 1H), 5.48 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 5.39 (d, J = 7.2 Hz, 1H), 5.13 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.79 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.76 (d, J = 8.9 Hz, 1H), 3.71 (dd, J = 7.1, 3.5 Hz, 1H), 3.62 (d, J = 2.8 Hz, 1H), 1.45 (s, 3H), 1.42 (s, 3H), 1.30 (s, 3H), 1.06 (s, 3H), 0.99 (d, J = 6.6 Hz, 3H), 0.97 (s, 3H), 0.92 (s, 3H), 0.82 (s, 3H); ¹³C NMR (101 MHz, ピリジン - d₅ + D₂O) 162.28, 143.30, 118.52, 106.76, 104.95, 104.92, 104.65, 103.73, 92.38, 87.49, 81.48, 80.46, 78.51, 78.33, 78.29, 78.24, 78.19, 78.08, 78.03, 77.68, 77.35, 76.34, 75.6

9, 75.20, 75.15, 74.98, 72.78, 72.17, 71.44, 71.39, 71.27, 71.16, 70.05, 69.86, 63.21, 62.52, 62.35, 50.59, 49.49, 49.37, 47.46, 43.28, 42.21, 40.61, 39.33, 36.81, 36.69, 35.96, 34.13, 33.01, 29.03, 28.36, 27.47, 26.92, 26.25, 26.09, 25.27, 24.52, 24.12, 19.26, 18.98, 16.71; ESI-M
S 1315.94 (M+H)⁺, 1313.81 (M-H)⁻; 分子式 C₆₁H₁₀₂O₃₀

(実施例 49 : 化合物 31 の単離)

【化 218】



【手続補正 60】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0457

【補正方法】変更

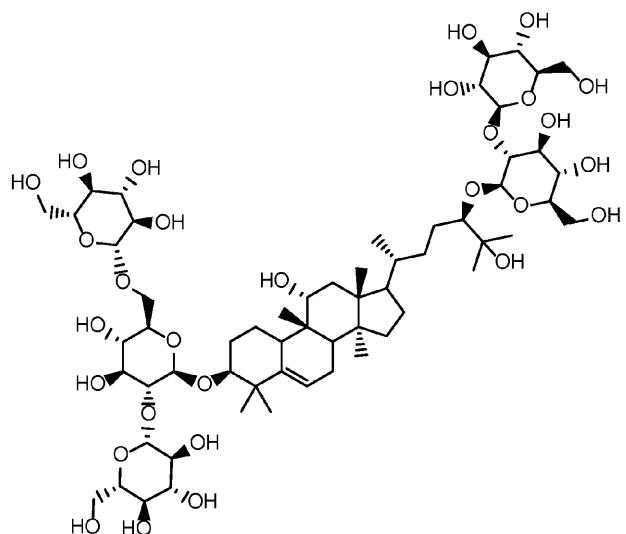
【補正の内容】

【0457】

¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅+D₂O)、選択されたシグナル：
5.45 (m, 1 H, HDO ピークと合わさっている), 4.95 (d, J = 7.8 Hz, 1 H), 4.83 (d, J = 7.8 Hz, 1 H), 3.85 (dd, J = 8.5, 2.1 Hz, 1 H), 3.64 (brs, 1 H), 1.50 (s, 3 H), 1.40 (s, 3 H), 1.37 (s, 3 H), 1.27 (s, 3 H), 1.11 (s, 3 H), 0.92 (d, J = 6.3 Hz, 3 H), 0.85 (s, 3 H), 0.78 (s, 3 H); 13C NMR (101 MHz, ピリジン-d₅+D₂O) 144.29, 118.53, 107.14, 105.61, 90.30, 87.82, 78.50, 78.30, 78.25, 77.98, 77.76, 75.29, 75.17, 72.22, 71.58, 71.51, 62.76, 62.47, 50.81, 49.66, 47.36, 43.48, 42.36, 40.85, 40.08, 36.77, 36.48, 34.53, 33.45, 29.51, 28.29, 27.67, 26.82, 26.77, 26.28, 26.25, 25.13, 24.54, 19.31, 18.85, 16.99; ESI-IM
S 801.73 (M+H)⁺, 799.74 (M-H)⁻, 分子式 C₄₂H₇₂O₁₄

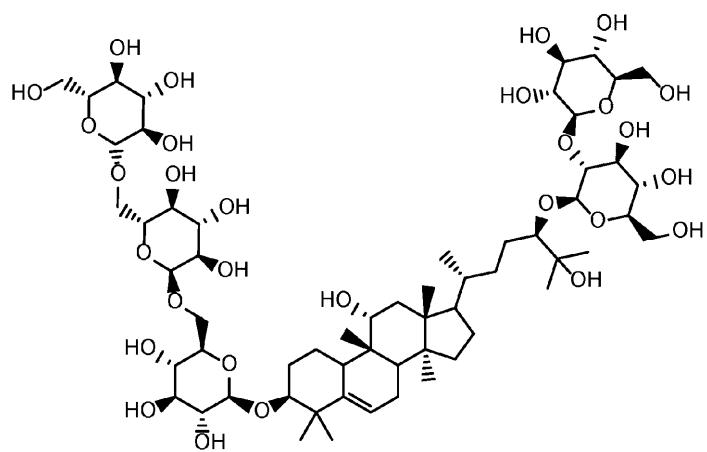
(実施例 53 および 54 : 化合物 32 および 33 の酵素による产生)

【化221】



化合物32

【化222】



化合物33

【手続補正61】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0460

【補正方法】変更

【補正の内容】

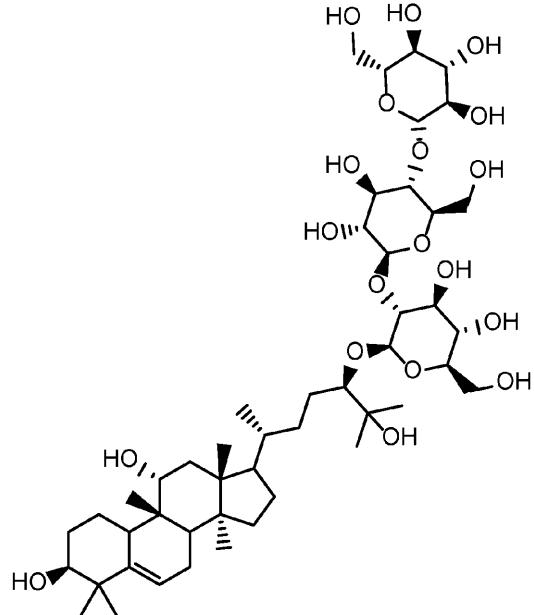
【0460】

化合物33 : ^1H NMR (400 MHz, ピリジン- d_5 + D₂O)、選択されたシグナル : 5.45 (m, 2 H, HDO ピークと合わさっている), 5.35 (m, 1 H), 5.00 (d, J = 7.8 Hz, 2 H), 4.76 (d, J = 7.8 Hz, 1 H), 3.88 (d, J = 8.1 Hz, 2 H), 3.63 (s, 1 H), 1.45 (s, 6 H), 1.41 (s, 3 H), 1.28 (s, 3 H), 1.05 (s, 3 H), 1.02 (d, J = 6.2 Hz, 3 H), 0.82 (s, 6 H); ^{13}C NMR (101 MHz, ピリジン- d_5 + D₂O) 144.42, 118.42, 106.85, 105.70, 105.25, 102.21, 100.12, 88.70, 87.47, 83.05, 78.44, 78.37, 78.31, 78.11, 78.04, 76.17, 75.90,

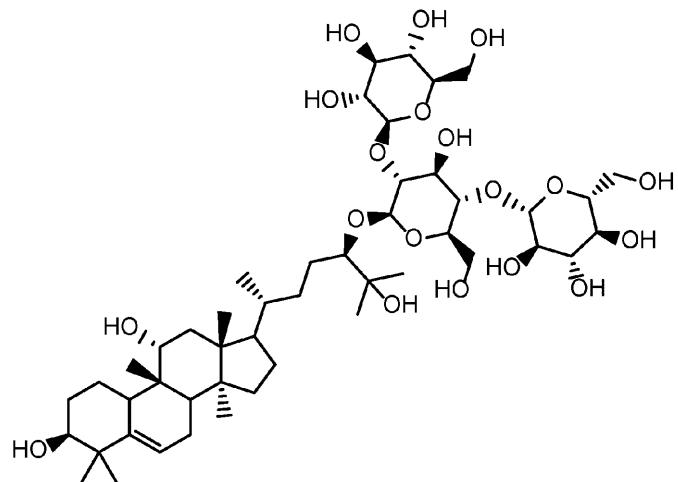
75.19, 75.07, 74.79, 73.90, 73.77, 72.4
 6, 71.94, 71.82, 71.63, 71.41, 71.14, 70
 .18, 67.83, 63.09, 62.41, 62.32, 50.74,
 49.67, 47.38, 43.48, 42.30, 40.77, 40.11
 , 36.68, 34.52, 33.82, 29.42, 28.62, 28.
 52, 27.63, 26.93, 26.25, 25.52, 24.54, 1
 9.37, 19.08, 17.02; ESI-MS 1287.82 (MH)⁺, 1
 285.94 (M-H)⁻; 分子式 C₆₀H₁₀₂O₂₉。

(実施例 55 および 56：化合物 34 および 35 の酵素による产生)

【化 223】



化合物 34



化合物 35

【手続補正 62】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0463

【補正方法】変更

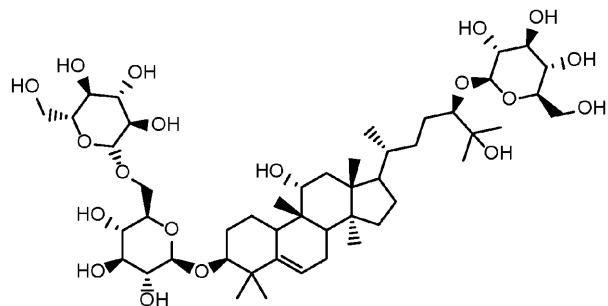
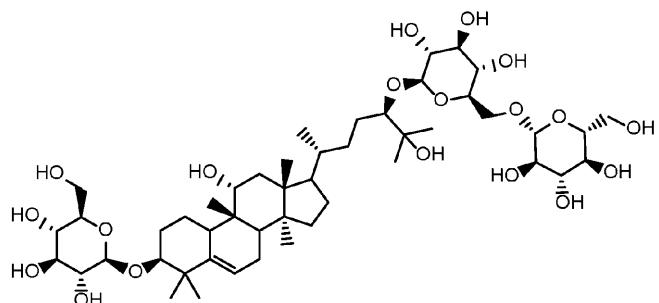
【補正の内容】

【0463】

化合物35：¹H NMR (400 MHz, ピリジン-d₅ + D₂O)、選択されたシグナル： 5.60 (d, J = 6.3 Hz, 1H), 5.00 (d, J = 7.9 Hz, 1H), 4.91 (d, J = 7.7 Hz, 1H), 3.79 (dd, J = 7.8, 2.3 Hz, 2H), 3.70 (t, J = 2.8 Hz, 2H), 1.43 (s, 3H), 1.39 (s, 6H), 1.34 (d, J = 2.8 Hz, 3H), 1.15 (s, 3H), 1.0 (m, 3H), 0.91 (s, 3H), 0.83 (s, 3H); ESI-MS, 963.81 (M+)⁺, 961.92 (M-H)⁻；分子式 C₄₈H₈₂O₁₉。

(実施例57および58：モグロシドIII_{A2}およびモグロシドIIIの酵素による產生)

【化224】

モグロシドIII_{A2}

モグロシドIII