

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-222551

(P2016-222551A)

(43) 公開日 平成28年12月28日(2016.12.28)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
<b>C07C 67/52</b>	<b>(2006.01)</b>	C07C 67/52		4H006
<b>C07C 69/84</b>	<b>(2006.01)</b>	C07C 69/84		

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2015-107751 (P2015-107751)	(71) 出願人	000189659
(22) 出願日	平成27年5月27日 (2015.5.27)		上野製薬株式会社
			大阪府大阪市中央区高麗橋2丁目4番8号
		(74) 代理人	100081422
			弁理士 田中 光雄
		(74) 代理人	100101454
			弁理士 山田 卓二
		(74) 代理人	100104592
			弁理士 森住 憲一
		(74) 代理人	100106518
			弁理士 松谷 道子
		(74) 代理人	100197572
			弁理士 尼崎 匡

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの精製方法

(57) 【要約】

【課題】 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの粗組成物から触媒や反応原料などの残存物を容易に除去することができ、高純度の4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルが高収率で得られる精製方法を提供すること。

【解決手段】 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの粗組成物を溶融した後、有機溶液と混合することにより結晶を析出させ、さらに結晶が溶融しない温度下で懸濁洗浄することによって、未反応のカルボン酸や触媒などを除去し、高純度の4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを得ることができる。

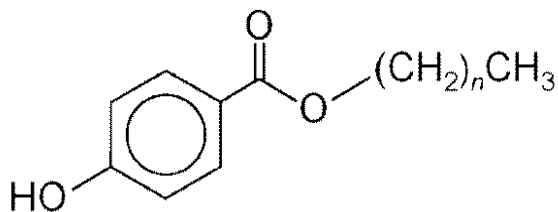
【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

式(1)で表される4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを含む粗組成物を溶融する工程、  
溶融した粗組成物を45℃未満の温度に維持した有機溶液に攪拌しながら添加し、結晶を析出する工程、および  
析出した結晶を45℃未満の温度下で懸濁洗浄する工程  
を含む、4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの精製方法。

## 【化 1】



… (1)

10

(式中、nは15～23の整数を表す)

## 【請求項 2】

式(1)で表される4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルが、4-ヒドロキシ安息香酸ヘキサデシルである、請求項1に記載の精製方法。

20

## 【請求項 3】

有機溶液が水と水溶性有機溶媒との混合物である、請求項1または2に記載の精製方法。

## 【請求項 4】

水と水溶性有機溶媒の重量比が8/2～1/9である、請求項3に記載の精製方法。

## 【請求項 5】

水溶性有機溶媒が、メタノール、エタノール、1-プロパノールおよび2-プロパノールからなる群から選択される1種以上である、請求項3または4に記載の精製方法。

## 【請求項 6】

懸濁洗浄工程において、溶融粗組成物と有機溶液との混合物のpHが4～9である、請求項1～5のいずれかに記載の精製方法。

30

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの精製方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルは、水酸基と疎水基を有する構造を有し、その構造的特徴から、可塑剤、相溶化剤、界面活性剤などの用途が提案されている。

## 【0003】

一般的に化合物のエステル化は、原料カルボン酸とアルコールとを、硫酸等のプロトン酸触媒の存在下で反応させ、得られた反応液から触媒と未反応のカルボン酸を除去し、必要により晶析や蒸留などの精製を行うことによって製造する方法が知られている(特許文献1)。

40

## 【0004】

4-ヒドロキシ安息香酸のエステル化についても、同様に、触媒存在下でアルコールと反応させることにより4-ヒドロキシ安息香酸エステルを合成することが可能である。しかし、4-ヒドロキシ安息香酸を炭素原子数16以上の長鎖脂肪族アルコールと反応させて4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを製造する場合、原料である4-ヒドロキシ安息香酸や触媒等が残存するため、高純度の目的物を得るためには精製操作が必要であった。

50

## 【 0 0 0 5 】

精製は、通常目的物を含む粗結晶を溶融した後、あるいは非水溶性溶媒で希釈した後、水またはアルカリ水で抽出するのが一般的である。しかしながら、未反応のカルボン酸および触媒等の不純物を含む 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物の溶融物に水やアルカリ水を加えると、反応系全体が乳化してしまい、抽出操作が極めて困難になるという問題があった。

## 【 0 0 0 6 】

反応系の乳化を抑制するために、4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物を固化し、これを水またはアルカリ水中で懸濁洗浄した後、触媒と未反応のカルボン酸を除去する方法も考えられるが、固化の際に 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの結晶内部に触媒や未反応のカルボン酸が取り込まれることから、高純度の 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルが得られないという問題があった。

10

## 【 先行技術文献 】

## 【 特許文献 】

## 【 0 0 0 7 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 1 4 - 1 0 8 9 2 8 号 公 報

## 【 発明の概要 】

## 【 発明が解決しようとする課題 】

## 【 0 0 0 8 】

本発明の目的は、4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物から触媒や反応原料などの残存物を容易に除去することができ、高純度の 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルが高収率で得られる精製方法を提供することにある。

20

## 【 課題を解決するための手段 】

## 【 0 0 0 9 】

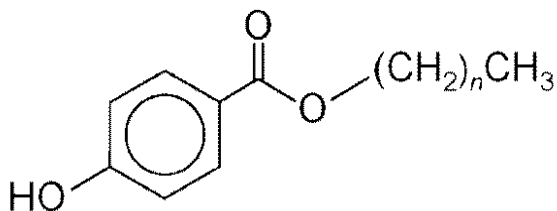
本発明者らは、4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの精製方法について鋭意検討した結果、4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物を溶融した後、有機溶液と混合することにより結晶を析出させ、さらに結晶が溶融しない温度下で懸濁洗浄することによって、未反応のカルボン酸や触媒などを容易に除去し、高純度の 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを得ることができることを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【 0 0 1 0 】

すなわち本発明は、式 ( 1 ) で表される 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを含む粗組成物を溶融する工程 ( 以下、溶融工程という )、溶融した粗組成物を 4 5 未満の温度に維持した有機溶液に添加し、結晶を析出する工程 ( 以下、結晶析出工程という )、および析出した結晶を 4 5 以下の温度下で懸濁洗浄する工程 ( 以下、懸濁洗浄工程という ) を含む、4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの精製方法を提供する。

30

## 【 化 1 】



… ( 1 )

40

( 式中、n は 1 5 ~ 2 3 の 整 数 を 表 す )

## 【 発明の効果 】

## 【 0 0 1 1 】

本発明によれば、未反応のカルボン酸や触媒を容易に除去することができ、簡易な操作で、高純度の 4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを高収率で得ることができる。

## 【 発明を実施するための形態 】

## 【 0 0 1 2 】

50

本発明において、式(1)で表される4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを含む粗組成物とは、目的物である式(1)で表される4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル以外に、反応原料や触媒および反応副生物等の不純物を含む組成物を意味する。不純物の含有量は反応方法によっても異なるが、粗組成物中において通常1~20重量%、好ましくは3~10重量%である。

【0013】

本発明において、目的物である式(1)で表される4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルは、4-ヒドロキシ安息香酸と炭素原子数16~24の脂肪族アルコール(以下、長鎖アルコールと称する場合もある)から成るエステルであり、具体的には、4-ヒドロキシ安息香酸ヘキサデシル、4-ヒドロキシ安息香酸ヘプタデシル、4-ヒドロキシ安息香酸オクタデシル、4-ヒドロキシ安息香酸ノナデシル、4-ヒドロキシ安息香酸イコシル、4-ヒドロキシ安息香酸ヘンイコシル、4-ヒドロキシ安息香酸ドコシル、4-ヒドロキシ安息香酸トリコシルおよび4-ヒドロキシ安息香酸テトラコシルから選択される1種以上が挙げられる。これらの中でも、4-ヒドロキシ安息香酸ヘキサデシルが好ましい。

10

【0014】

粗組成物中に含まれる具体的な不純物は、原料である4-ヒドロキシ安息香酸、触媒などの残存物のほか、反応副生物である長鎖アルコールの2量化エーテル体や硫酸エステルなどが挙げられる。

【0015】

4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの粗組成物を得る方法は特に限定されないが、触媒の存在下、4-ヒドロキシ安息香酸と炭素原子数16~24の脂肪族アルコールとの反応によって得られたものを用いるのが良い。あるいは市販の低純度の4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを含む粗組成物を用いても良い。

20

【0016】

本発明の精製方法では、まず溶融工程において、4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの粗組成物を溶融する。溶融工程は、4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの粗組成物を、融点以上に加熱することにより行われる。4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの粗組成物の溶融物(以下、溶融粗組成物とも称する)の温度は、溶融状態を維持する限り特に限定されないが、90~110であるのが好ましい。

【0017】

溶融粗組成物は次いで結晶析出工程に供される。なお、4-ヒドロキシ安息香酸と脂肪族アルコールとの反応では、4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを含む粗組成物が溶融状態で得られるため、反応終了後、溶融状態を維持する温度範囲に保温したものを、そのまま溶融粗組成物として用いて結晶析出工程に供しても良い。

30

【0018】

結晶析出工程は、溶融した粗組成物を45未満、好ましくは5~42の温度に維持した有機溶液に攪拌しながら添加し、結晶を析出することにより行われる。

【0019】

結晶析出工程で使用される有機溶液は、水と水溶性有機溶媒の混合物であるのが好ましい。水溶性有機溶媒の具体例としては、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、エチレングリコール、グリセリン、アセトン、メチルエチルケトン、N,N'-ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン、ピリジン、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、酢酸、アセトニトリルおよびジメチルスルホキシドからなる群から選択される1種以上が挙げられる。これらの中でも、入手容易性および乾燥効率などの工業的生産性に優れる点で、メタノール、エタノール、1-プロパノールおよび2-プロパノールが好ましく、特に収率に優れる点でメタノールがより好ましい。

40

【0020】

水と水溶性有機溶媒との重量比(水/水溶性有機溶媒)は、用いる水溶性有機溶媒の種類にもよるが、8/2~1/9、好ましくは5/5~2/8、より好ましくは4/6~2/8であるのが良い。

50

## 【0021】

水と水溶性有機溶媒との重量比が8/2を上回る場合、析出した結晶の粒径が大きくなることにより、結晶内部に触媒および未反応のカルボン酸が取り込まれやすくなるため、不純物の除去が困難となる傾向がある。水と水溶性有機溶媒との重量比が1/9を下回る場合、結晶が析出し難くなり、収率が低下する傾向がある。

## 【0022】

有機溶液の量は、4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物に対し、1倍重量以上、好ましくは3倍重量以上とするのが良い。4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物に対し、有機溶液の量が1倍重量を下回ると、次工程の懸濁洗浄工程において攪拌不良が生じるおそれがあるとともに、精製効率が低下する傾向がある。

10

## 【0023】

結晶析出工程では、容器に予め有機溶液を仕込んで攪拌状態とし、ここに溶融工程で溶融した4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物を添加する。溶融粗組成物の添加方法は特に限定されないが、急激な温度上昇を避けるために、段階的な添加や滴下による添加が好ましい。また、結晶内部への触媒や未反応のカルボン酸の取り込みを阻止するために小粒子径の結晶とするのが良く、5~30g/minの速度で滴下するのが好ましい。

## 【0024】

有機溶液には、触媒および未反応のカルボン酸を除去し易くするために、塩基を添加することが好ましい。添加する塩基としては、例えば、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、酸化カルシウム、アンモニアからなる群から選択される1種以上が挙げられる。これらの中でも、入手容易性、経済性および工業的生産性の観点から水酸化ナトリウムおよび水酸化カリウムが好ましい。

20

## 【0025】

有機溶液に添加する塩基の量は、有機溶液と溶融粗組成物の混合溶液のpHが4~9、好ましくは5~8、より好ましくは6~7となるように調整する。このpHの範囲内で懸濁洗浄が行われるのが良い。混合溶液のpHが4を下回る場合、析出した結晶が凝集し易くなるため、攪拌不良が生じたり、触媒や未反応のカルボン酸が結晶中に取り込まれる傾向がある。pHが9を上回る場合、結晶の微細化によって攪拌負荷が増大し、攪拌不良が生じるとともに、精製効率が低下する傾向がある。

30

## 【0026】

塩基を添加するタイミングは、上記混合溶液のpHが最適範囲となる限り特に限定されないが、予め全量を有機溶液に加えておいても良く、あるいは、予め適量を有機溶液に加えておき、溶融粗組成物を添加した後、さらに必要量を追加しても良い。

## 【0027】

有機溶液は予め室温以下に冷却しておき、高温の溶融粗組成物を添加する際、およびその後の懸濁洗浄工程に際し、混合溶液の温度を45未満、好ましくは5~42に維持する。混合溶液の温度が45以上である場合、結晶が溶解するため、結晶を取り出すことが困難となる。

40

## 【0028】

混合溶液に溶融粗組成物を添加する際、45近くに混合溶液の温度が上昇したときは、溶融粗組成物の添加を一時中断するか、あるいは冷却することにより45未満に維持する。

## 【0029】

結晶析出工程によって得られた結晶は、次いで懸濁洗浄工程に供せられる。懸濁洗浄工程は、結晶が析出した懸濁状態の混合溶液を、45未満の温度に維持したまま、攪拌を継続することにより行われる。懸濁洗浄によって、触媒や未反応のカルボン酸などの不純物を除去し、高純度の4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを精製することができる。懸

50

濁洗浄は、1時間以上、好ましくは5時間以上で行うのが良い。

【0030】

懸濁洗浄工程を終えた後、濾過等により混合溶液を固液分離して結晶を取り出す。固液分離に際しては、水や有機溶媒を加えて洗浄するのが好ましい。洗浄に用いる有機溶媒としては、入手容易性や収率、および乾燥効率などの工業的生産性に優れる点から、メタノール、エタノール、1-プロパノールおよび2-プロパノールからなる群から選択される1種以上が好ましい。結晶を洗浄する水や有機溶媒は、4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステル粗組成物に対し、0.5~2倍重量使用するのが良い。

【0031】

固液分離された結晶は、必要によりさらに洗浄した後、50未満の減圧下で結晶のまま乾燥させるか、あるいは50以上に加熱して結晶を溶融させた後、溶媒を留去することによって、最終的に高純度の4-ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルを得ることができる。

10

【0032】

以下、実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【実施例】

【0033】

[高速液体クロマトグラフィー(HPLC)]

装置： Waters アライアンス 2487 / 2996

20

カラム型番： L - Column

流量： 1.0 mL / 分

溶媒比： H<sub>2</sub>O (pH 2.3) / CH<sub>3</sub>OH = 58 / 42 (30分) 5分 10 / 90 (55分)、グラジエント分析

波長： 229 nm / 254 nm

カラム温度： 40

【0034】

[ガスクロマトグラフィー(GC)]

装置： 株式会社島津製作所製 GC - 2014 / GC - 14A

カラム型番： G - 100

30

注入量： 1.0 μL

オープン温度： 310

キャリアガス： ヘリウム

検出器： FID

【0035】

実施例1

攪拌機、温度センサーおよびディーンスターク装置を備えた1Lの4つ口フラスコに、ヘキサデカノール(CeOH) 121gを投入し、窒素気流下、70まで昇温して溶融させた。そこに4-ヒドロキシ安息香酸(POB) 70g、p-トルエンスルホン酸一水和物 2.4gおよび次亜リン酸 1.1gを加えた後、1時間かけて130まで昇温し、同温度で8時間反応させて4-ヒドロキシ安息香酸ヘキサデシル(CEPB)の粗組成物 184gを得た。得られた粗組成物を高速液体クロマトグラフィー(HPLC)およびガスクロマトグラフィー(GC)にて定量分析を行ったところ、CEPB 89.8重量%、POB 3.2重量%、p-トルエンスルホン酸(PTS) 0.2重量%であった。

40

次いで、攪拌機、温度センサーおよび冷却管を備えた2Lの4つ口フラスコに、水 210gおよびメタノール 490gからなる有機溶液に水酸化ナトリウム 1.0gを投入して室温で攪拌した。そこに110まで冷却した溶融状態の粗組成物を30分かけて滴下により添加混合して混合溶液を調製し、結晶を析出させた。滴下終了時の温度は41、pHは6.9であった。滴下終了後、さらに同温度で1時間攪拌を継続することにより懸濁洗浄した。次いで、濾別して結晶を取り出し、メタノール 140gおよび水 140gを用

50

いて順次洗浄し、45、10 mmHgの条件下で乾燥させて結晶196 gを得た。得られたCEPBをHPLC及びGCにて定量分析を行ったところ、純度93.0重量%、POB0.4重量%であり、PTSは検出限界以下であった。また、粗組成物中のCEPB重量からの収率は97.7%であった。

【0036】

比較例1

実施例1と同様にして4-ヒドロキシ安息香酸ヘキサデシル(CEPB)の溶融粗組成物を得た。次に攪拌機、温度センサーおよび冷却管を備え、底部にコック付き排出口を設けた2Lの底抜き4つ口フラスコに、水700 gおよび炭酸ナトリウム6 gを投入して室温で攪拌した。そこに110まで冷却した溶融粗組成物184 gを30分かけて滴下により添加混合した。次いで、90まで加熱して粗組成物を溶融した後、静置させたところ、反応系全体が乳化し分液しなかったため、抽出できないものであった。

10

【0037】

比較例2

実施例1と同様にして4-ヒドロキシ安息香酸ヘキサデシル(CEPB)の溶融粗組成物を得た。次に攪拌機、温度センサーおよび冷却管を備え、底部にコック付き排出口を設けた2Lの底抜き4つ口フラスコに、ヘプタン700 gを投入して室温で攪拌した。そこに110まで冷却した溶融粗組成物184 gを30分かけて滴下により添加混合した。ここに、水175 gを加えて攪拌し、90まで加熱した後、静置させたところ、水層と有機層の界面が乳化したため抽出が困難な状態であった。この時の水層のpHは1.7であった。

20

【0038】

この界面乳化状態の溶液について、有機層の透明な部分だけを回収し、溶媒を留去して結晶151 gを取り出した。得られた結晶をHPLCおよびGCにて定量分析を行ったところ、CEPBの純度は91.0重量%で、POB1.0重量%、PTS0.1重量%であった。また、粗組成物中のCEPB重量からの収率は83.0%であった。

【0039】

次いで、上記界面乳化状態の溶液に48重量%水酸化ナトリウムを添加して、pHを1.7から8.8まで徐々に変化させたところ、有機層に白濁が生じたため、抽出はさらに困難化した。

30

【0040】

比較例3

攪拌機、温度センサーおよび冷却管を備えた2Lの4つ口フラスコに、水700 g、炭酸水素ナトリウム4.2 gを投入し、さらに実施例1で得られた粗組成物を50まで冷却した固化物184 gを加えて、43で1時間攪拌した。この溶液のpHは7.2であった。この溶液を濾別して結晶を取り出し、メタノール140 gおよび水140 gを用いて順次結晶を洗浄し、45、10 mmHgの条件下で乾燥させて結晶196 gを得た。得られた結晶をHPLCおよびGCにて定量分析を行ったところ、CEPBの純度は90.0重量%で、POB1.0重量%、PTS0.1重量%であった。また、粗組成物中のCEPB重量からの収率は93.0%であった。

40

【0041】

実施例2

CeOHの代わりに、テトラコサノール176 gを原料として加えた以外は、実施例1と同様にして4-ヒドロキシ安息香酸テトラコシル(TCPB)の溶融粗組成物を得た。得られた粗組成物をHPLCおよびGCにて定量分析を行ったところ、TCPB90.3重量%、POB3.6重量%、PTS0.2重量%であった。この粗組成物を実施例1と同様にして精製を行い、結晶246 gを得た。得られたTCPBをHPLCおよびGCにて定量分析を行ったところ、純度92.5重量%、POB0.4重量%、PTSは検出限界以下であった。また、粗組成物中のTCPB重量からの収率は96.5%であった。

【0042】

50

## 比較例 4

溶融組成物を、実施例 2 で得られた溶融粗組成物に変更する以外は、比較例 2 と同様にして結晶 2.43 g を得た。得られた TCPB を HPLC および GC にて定量分析を行ったところ、純度 89.8 重量%、POB 1.1 重量%、PTS 0.1 重量%であった。また、粗組成物中の TCPB 重量からの収率は 82.5 % であった。

【0043】

## 実施例 3 ~ 12

有機溶液（水と水溶性有機溶媒との混合物）を、表 1 に示す条件に変更する以外は、実施例 1 と同様にして結晶を得た。実施例 1 と併せて結果を表 1 に示す。

【0044】

10

【表 1】

	有機溶液	組成 (重量%)			収率 (%)	撹拌状態
		CEPB	POB	PTS		
実施例1	水/メタノール=3/7	93.0	0.4	N.D.	97.7	○
実施例3	水/メタノール=6/4	90.8	0.4	N.D.	99.3	○
実施例4	水/メタノール=5/5	90.9	0.3	N.D.	96.9	○
実施例5	水/メタノール=4/6	90.3	0.5	N.D.	97.3	○
実施例6	水/メタノール=2/8	94.6	0.3	N.D.	86.6	△
実施例7	水/メタノール=1/9	95.7	0.3	N.D.	80.0	△
実施例8	水/エタノール=3/7	93.3	0.5	N.D.	86.7	○
実施例9	水/アセトン=7/3	92.5	0.6	N.D.	94.8	△
実施例10	水/エチレングリコール=3/7	90.0	0.4	N.D.	93.7	○
実施例11	水/2-プロパノール=6/4	91.1	0.4	N.D.	87.0	△
実施例12	水/2-プロパノール=5/5	93.8	0.7	N.D.	79.0	△

20

【0045】

収率 (%) = 取得した結晶中の CEPB (g) / 粗組成物中の CEPB (g) × 100  
撹拌状態

30

- ・・・問題なく撹拌できる状態
- ・・・中心部は撹拌できるが、壁面に滞留部分が発生

【0046】

## 実施例 13 ~ 15

溶融粗組成物の滴下終了時後の pH を、表 2 に示す値とした以外は、実施例 1 と同様にして結晶を得た。結果を表 2 に示す。

【0047】

【表 2】

	pH	組成 (重量%)			収率 (%)	撹拌状態
		CEPB	POB	PTS		
実施例13	3.0	89.5	0.9	0.1	98.6	△
実施例14	5.3	90.3	0.8	0.01	97.6	○
実施例15	10.3	93.0	0.2	N.D.	95.9	△

40

【0048】

収率 (%) = 取得した結晶中の CEPB (g) / 粗組成物中の CEPB (g) × 100  
撹拌状態

- ・・・問題なく撹拌できる状態
- ・・・中心部は撹拌できるが、壁面に滞留部分が発生

50



## 【 0 0 4 9 】

上記の通り、本発明によれば、4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルの粗組成物から触媒や反応原料などの残存物を除去することができ、高純度の4 - ヒドロキシ安息香酸長鎖エステルが高収率で得られることがわかる。

---

フロントページの続き

- (72)発明者 喜田 裕介  
大阪府大阪市中央区高麗橋2丁目4番8号 上野製薬株式会社内
- (72)発明者 小松 利豪  
大阪府大阪市中央区高麗橋2丁目4番8号 上野製薬株式会社内
- (72)発明者 久野 貴矢  
大阪府大阪市中央区高麗橋2丁目4番8号 上野製薬株式会社内
- (72)発明者 土谷 美緒  
大阪府大阪市中央区高麗橋2丁目4番8号 上野製薬株式会社内
- Fターム(参考) 4H006 AA02 AD15 BB14 BB31 BC53 BJ50 BN30 KC30