



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類6 C07C 237/12, 231/24	A1	(11) 国際公開番号 WO99/14186 (43) 国際公開日 1999年3月25日(25.03.99)
(21) 国際出願番号 PCT/JP98/03682 (22) 国際出願日 1998年8月19日(19.08.98) (30) 優先権データ 特願平9/247941 1997年9月12日(12.09.97) JP (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 味の素株式会社(AJINOMOTO CO., INC.)[JP/JP] 〒104-0031 東京都中央区京橋1丁目15番1号 Tokyo, (JP) (72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 竹本 正(TAKEMOTO, Tadashi)[JP/JP] 〒210-0801 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社 中央研究所内 Kanagawa, (JP) (74) 代理人 弁理士 石田康昌, 外(ISHIDA, Yasumasa et al.) 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3丁目20番12号 望星ビル7階 加藤内外特許事務所 Kanagawa, (JP)		(81) 指定国 BR, CA, CN, CZ, HU, KR, MX, RU, SK, US, 欧州特許 (BE, CH, DE, FR, GB, IT, NL). 添付公開書類 国際調査報告書
(54)Title: METHOD OF PURIFYING AND RECOVERING SWEETENER (54)発明の名称 甘味料の精製、回収法 (57) Abstract A method of purifying and recovering a sweetener efficiently in a high yield without conducting complicated steps, which comprises contacting crude methyl N-(3,3-dimethylbutyl)-α-L-aspartyl-L-phenylalaninate containing at least methyl α-L-aspartyl-L-phenylalaninate as an impurity with a mixed solvent having two layers respectively consisting of water and an organic solvent immiscible with water to extract the methyl N-(3,3-dimethylbutyl)-α-L-aspartyl-L-phenylalaninate with the organic solvent layer.		

(57)要約

少なくとも α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを不純物として含有する不純なN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを、水と均一に混和しない有機溶媒と水との2層を有する混合溶媒に接触させ、N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを有機溶媒層に抽出する。

煩雑な工程を経ずに、高収率で効率的に目的化合物を精製、回収することができる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦	ES スペイン	LI リヒテンシュタイン	SG シンガポール
AL アルバニア	FI フィンランド	LK スリ・ランカ	SI スロヴェニア
AM アルメニア	FR フランス	LR リベリア	SK スロヴァキア
AT オーストリア	GA ガボン	LS レソト	SL シェラ・レオネ
AU オーストラリア	GB 英国	LT リトアニア	SN セネガル
AZ アゼルバイジャン	GD グレナダ	LU ルクセンブルグ	SZ スワジランド
BA ボスニア・ヘルツェゴビナ	GE グルジア	LV ラトヴィア	TD チャード
BB バルバドス	GH ガーナ	MC モナコ	TG トーゴ
BE ベルギー	GM ガンビア	MD モルドヴァ	TJ タジキスタン
BF ブルキナ・ファソ	GN ギニア	MG マダガスカル	TM トルクメニスタン
BG ブルガリア	GW ギニア・ビサウ	MK マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TR トルコ
BJ ベナン	GR ギリシャ	共和国	TT トリニダード・トバゴ
BR ブラジル	HR クロアチア	マリ	UA ウクライナ
BY ベラルーシ	HU ハンガリー	ML モンゴル	UG ウガンダ
CA カナダ	ID インドネシア	MN モンゴル	US 米国
CF 中央アフリカ	IE アイルランド	MR モーリタニア	UZ ウズベキスタン
CG コンゴ	IL イスラエル	MW マラウイ	VN ヴィエトナム
CH スイス	IN インド	MX メキシコ	YU ユーゴスラビア
CI コートジボアール	IS アイスランド	NE ニジェール	ZA 南アフリカ共和国
CM カメルーン	IT イタリア	NL オランダ	ZW ジンバブエ
CN 中国	IT イタリア	NO ノールウェー	
CU キューバ	JP 日本	NZ ニュー・ジーランド	
CY キプロス	KE ケニア	PL ポーランド	
CZ チェッコ	KG キルギスタン	PT ポルトガル	
DE ドイツ	KP 北朝鮮	RO ルーマニア	
DK デンマーク	KR 韓国	RU ロシア	
EE エストニア	KZ カザフスタン	SD スーダン	
	LC セントルシア	SE スウェーデン	

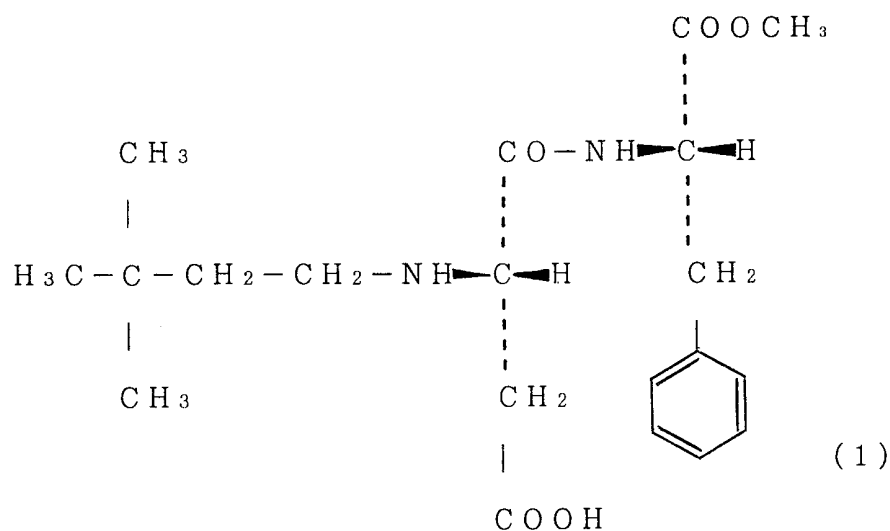
- 1 -

明 細 書

甘味料の精製、回収法

技術分野

本発明は高甘味度甘味料の新規精製、回収法に関する。更に詳しくは、特表平 8-503206 号公報に記載の下記一般式 (1) で示される N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの精製法及び回収法に関する。



背景技術

本発明に係わる化合物は、例えば特表平 8-503206 号公報及び欧州特許 WO 95/30689 号公報に記載されているように、 α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルに 3,3-ジメチルブチルアルデヒドを反応させて合成されるので未反応の α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの N-(3,3-ジ

- 2 -

メチルブチル) - α - L - アスパルチル - L - フェニルアラニンメチルエステルへの混入は避け難い。従って、 α - L - アスパルチル - L - フェニルアラニンメチルエステルを除去することがN - (3, 3 - ジメチルブチル) - α - L - アスパルチル - L - フェニルアラニンメチルエステルの精製法として最も重要となる。本発明に係わる化合物は再結晶又はクロマトグラフィー等の標準的な技術により精製することができることが特平表8 - 503206号公報に記載されているが、クロマトグラフィーは工業的な精製法としては不適であり、又再結晶は工業的精製法としては最も慣用される方法であるが目的とする化合物が母液へ溶解ロスするので収率面からは効率的な方法とは言い難い。従って、工業的には収率を上げるため、当然母液から回収する方式が採用される。因みに、ペプチド類の再結晶溶媒として一般に使用される水における α - L - アスパルチル - L - フェニルアラニンメチルエステルとN - (3, 3 - ジメチルブチル) - α - L - アスパルチル - L - フェニルアラニンメチルエステルの5 ~ 25℃における溶解度に殆ど差がないため再結晶により α - L - アスパルチル - L - フェニルアラニンメチルエステルとほぼ等量のN - (3, 3 - ジメチルブチル) - α - L - アスパルチル - L - フェニルアラニンメチルエステルが母液にロスすることになる。又、母液からの回収法については上記2つの特許明細書に記載はない。通常は母液を濃縮後冷却して晶析回収するが、濃縮、晶析、分離と操作が煩雑になる上、更に母液にロスするので回収率の面でも効率的な方法とは言い難い。

発明の目的

本発明で解決しようとする課題、即ち本発明の目的は、効率的なN - (3, 3 - ジメチルブチル) - α - L - アスパルチル - L - フェニルア

ラニンメチルエステルの精製法及び回収法を提供することにある。

発明の開示

本発明者等は、少なくとも α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを不純物として含有する前記一般式で示される N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの精製法及び α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを溶質として含有する N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル水溶液からの回収法につき鋭意検討した結果、驚くべきことに少なくとも α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを不純物として含有する N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを、水と均一に混和しない有機溶媒と水との2層を有する混合溶媒と接触させ、N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを有機溶媒側に分層抽出させ、一方 α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを水側に抽出淘汰し、 α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを含有しない高純度の N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルが得られること、更には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを溶質として含有する N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル水溶液を、水と均一に混和しない有機溶媒と接触させることにより当該化合物を有機溶媒層側に抽出して回収できることを見出し、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明は、少なくとも α -L-アスパルチル-L-フェニルア

- 4 -

ラニンメチルエステルを不純物として含有する不純な $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ を、水と均一に混和しない有機溶媒と水との 2 層を有する混合溶媒に接触させ、 $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ を有機溶媒層に抽出する前記一般式で示される $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ の精製法である。

本発明には、下記内容も含まれる。

[1] 水と均一に混和しない有機溶媒として、トルエン、酢酸エチル及び酢酸ブチルの少なくとも 1 種を使用する上記精製法。

[2] 少なくとも $\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ を不純物として溶解する $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ の水溶液を、水と均一に混和しない有機溶媒と接触させ $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ を有機溶媒層中に溶解、抽出して前記一般式(1)で示される $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ を回収する方法。

[3] 上記精製法又は回収法により得られた $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル}$ 。

実施の形態

本発明で使用する水と均一に混和しない有機溶媒としては、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、酢酸エチル、酢酸ブチル等の脂肪酸エステル類、塩化メチレン、クロロホルム等のハロゲン化炭化水素類が挙

げられ、工業的製法の観点からはトルエン及び酢酸エチル、酢酸ブチルが好適に使用される。

有機溶媒としては、水層と分層する有機溶媒であれば複数使用することもできる。2層を有する混合溶媒については、通常は、水層と分層する2層を形成する混合溶媒を使用するが、3層を形成する混合溶媒も使用可能な場合がある。

有機溶媒の使用量については、特に制限はなく、水に対する使用比率を上げれば収率は向上する。又この抽出操作を繰り返せば収率は限りなく100%に近づく。勿論、これらの有機溶媒と水から成る2層系に原料及び生成物との反応性を有しない溶媒、例えば酢酸、メタノール、ジオキサン、ジメチルホルムアミド等が混在しても、2層系が崩れない範囲であれば問題はない。

処理温度については、使用する有機溶媒の沸点以下であれば問題ないが、あまり高温であれば分解の問題もあり、通常0～100℃が選択される。

処理時間については、特に制限はないが長過ぎると分解の問題もあり、通常60分以下で十分である。

精製法の方式としては、以下の態様を採用することができる。

α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを含む結晶を水と有機溶媒の2層系に投入し攪拌、結晶が溶解したのを確認後、所定の時間更に攪拌する。その後、攪拌を中止し2層になったのを確認後、分層分離すればよい。

一方、回収法の方式としては、以下の態様を採用することができる。

α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルとN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルとが溶解した水溶液（例えば、晶析晶析母液）に

- 6 -

有機溶媒を添加し所定の時間攪拌する。その後攪拌を中止し、2層になったのを確認後、分層分離すればよい。

両法とも収率を更に上げようとすれば、更に水層に有機溶媒を加え抽出操作を繰り返せばよい。又両法とも分層分離して得られた有機層を減圧下に濃縮乾固すれば α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを含まないN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルが得られる。更にその他の微量不純物を除き純度を上げようとすれば、得られた結晶を再結晶すればよい。勿論、晶析母液中には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルは含まれていないので容易にリサイクル可能である。

好適な実施の形態

以下、実施例により本発明を詳細に説明する。

[実施例1]

酢酸エチル1000mlと水500mlの混合溶媒に α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル4.5gとN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル10gから成る結晶を加え、室温で攪拌、結晶が溶解したのを確認後、更に25分間攪拌した。5分間放置後、2層を分層分離し、得られた有機層を100mlの水で洗浄後減圧下に濃縮し白色結晶9.1gを得た。結晶中には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルは含まれていなかった。N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの回収率は91%であった。

[実施例 2]

トルエン 500 ml と水 100 ml の混合溶媒に α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 4.5 g と N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 10 g から成る結晶を加え、50℃で攪拌、結晶が溶解したのを確認後、更に 10 分間攪拌した。5 分間放置後 2 層を分層分離し、得られた有機層を 20 ml の水で洗浄後減圧下に濃縮し白色結晶 9.3 g を得た。結晶中には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルは含まれていなかった。N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの回収率は 93% であった

[実施例 3]

トルエン 1000 ml と水 100 ml の混合溶媒に α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 4.5 g と N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 10 g から成る結晶を加え、50℃で攪拌、結晶が溶解したのを確認後、更に 10 分間攪拌した。5 分間放置後 2 層を分層分離し、得られた有機層を減圧下に濃縮し白色結晶 9.5 g を得た。得られた結晶を水より再結晶し N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 8.8 g を得た。結晶中には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルは含まれていなかった。回収率は 88% であった。

[実施例 4]

- 8 -

α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 0.9 g/dl、N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 0.9 g/dl の濃度の水溶液 500 ml に 500 ml の酢酸エチルを加え室温で 10 分間攪拌した。2 分間放置後、2 層を分層分離した後、水層に酢酸エチル 500 ml を加え同操作を繰り返した。得られた有機層を合わせ減圧下に濃縮し N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの結晶 4.3 g を得た。結晶中には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルは含まれていなかった。回収率 95%。

[実施例 5]

酢酸ブチル 1000 ml と水 500 ml の混合溶媒に α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 4.5 g と N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 10 g から成る結晶を加え、室温で攪拌、結晶が溶解したのを確認後、更に 25 分間攪拌した。5 分間放置後、2 層を分層分離し、得られた有機層を 1000 ml の水で洗浄後減圧下に濃縮し白色結晶 9.0 g を得た。結晶中には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルは含まれていなかった。N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの回収率は 90% であった。

[実施例 6]

α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル 0.9 g/dl、N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-

- 9 -

L-フェニルアラニンメチルエステル 0.9 g/dl の濃度の水溶液 500 ml を減圧下に濃縮して容量を 100 ml 水溶液とし、これに 500 ml のトルエンを加え 60℃で 10 分間攪拌した。2 分間放置後、2 層を分層分離し、得られた有機層を水 100 ml で洗浄した。有機層を減圧下に濃縮し N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの結晶 4.0 g を得た。結晶中には α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルは含まれていなかった。回収率 89%。

発明の効果

本発明の方法により、煩雑な工程を経ずに、高収率で効率的に高純度の N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを精製、回収することができる。特に、少なくとも α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを不純物として含有する場合の精製、回収に好適である。

請 求 の 範 囲

1. 少なくとも α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを不純物として含有する不純なN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを、水と均一に混和しない有機溶媒と水との2層を有する混合溶媒に接触させ、N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを有機溶媒層に抽出することを特徴とするN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの精製法。

2. 水と均一に混和しない有機溶媒がトルエンである請求項1記載の方法。

3. 水と均一に混和しない有機溶媒が酢酸エチル及び酢酸ブチルの少なくとも1種である請求項1記載の方法。

4. 少なくとも α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを不純物として溶解するN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの水溶液を、水と均一に混和しない有機溶媒と接触させN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルを有機溶媒層に抽出することを特徴とするN-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステルの回収法。

5. 請求項 1 又は 4 記載の方法により得られたことを特徴とする N-(3,3-ジメチルブチル)- α -L-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP98/03682

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁶ C07C237/12, C07C231/24

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl.⁶ C07C237/12, C07C231/24

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CA (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO, 98/32767, A1 (NUTRASWEET CO), 30 July, 1998 (30. 07. 98) & US, 5728862, A	1-5
A	WO, 94/11391, A1 (NOFRE C, TINTI J, TINTI J M), 26 May, 1994 (26. 05. 94) & US, 5480668, A & FR, 2697844, A1 & JP, 8-503206, A	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
--	---

Date of the actual completion of the international search
17 November, 1998 (17. 11. 98)

Date of mailing of the international search report
1 December, 1998 (01. 12. 98)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl ⁶ C07C237/12, C07C231/24		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl ⁶ C07C237/12, C07C231/24		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
CA (STN)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	WO, 98/32767, A1 (NUTRASWEET CO) 30. 7月. 98 (30. 07. 98) &US, 5728862, A	1-5
A	WO, 94/11391, A1 (NOFRE C, TINTI J, TINTI J M) 26. 5月. 94 (26. 05. 94) &US, 5480668, A &FR, 2697844, A1 &JP, 8-503206, A	1-5
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 17. 11. 98	国際調査報告の発送日 01. 12. 98	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 原 健司 印	4 H 7915
電話番号 03-3581-1101 内線 3444		