

(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2005-298468
(P2005-298468A)

(43) 公開日 平成17年10月27日(2005.10.27)

(51) Int.Cl.⁷

C07C 69/753

F 1

C07C 69/753

Z

テーマコード(参考)

4H006

審査請求 未請求 請求項の数 4 書面 (全 17 頁)

(21) 出願番号

特願2004-145682 (P2004-145682)

(22) 出願日

平成16年4月13日 (2004.4.13)

(71) 出願人 000117319

ヤスハラケミカル株式会社

広島県府中市高木町 1080

(72) 発明者 吉舎 史晃

広島県府中市高木町 1080 ヤスハラケ
ミカル株式会社内

(72) 発明者 森川 敏行

広島県府中市高木町 1080 ヤスハラケ
ミカル株式会社内

(72) 発明者 藤井 清司

広島県府中市高木町 1080 ヤスハラケ
ミカル株式会社内

F ターム(参考) 4H006 AA01 AA03 AB80 BJ30 BN10

KC20

(54) 【発明の名称】高沸点化合物

(57) 【要約】

【課題】インク組成物のビヒクル成分や電気絶縁油、ウレタン樹脂用希釈剤、熱媒体、塗料用溶剤、ペースト用溶剤、ポリマー原料、ブレーキ用溶剤、感光性材料、ポリ乳酸等生分解性プラスチックの可塑剤等々に有用な、高沸点化合物を提供する。

【解決手段】 - テルピネン、アロオシメン、ミルセン、オシメン、 - ファルネセン、 - ファルネセン、 - フェランドレンの中から選ばれる少なくとも 1 種の化合物と末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート系化合物をディールス - アルダー反応して得られる化学構造式、ならびにその水添物の化学構造式を有する高沸点化合物に関するものである。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

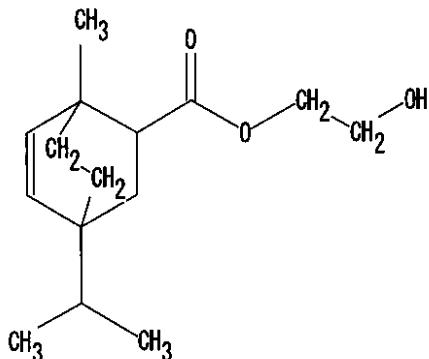
【請求項 1】

- テルピネン、アロオシメン、ミルセン、オシメン、 - ファルネセン、 - ファルネセン、 - フェランドレンの中から選ばれる少なくとも 1 種の化合物と末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート系化合物をディールス - アルダー反応して得られる化学構造式を有する高沸点化合物。

【請求項 2】

- テルピネン、アロオシメン、ミルセン、オシメン、 - ファルネセン、 - ファルネセン、 - フェランドレンの中から選ばれる少なくとも 1 種の化合物が、 - テルピネン、末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート化合物が、2 - ヒドロキシエチルアクリレートである、化 1 および / または化 2 の化学構造式を有する、請求項 1 記載の高沸点化合物。

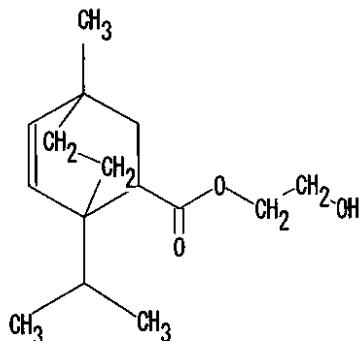
【化 1】



10

20

【化 2】



30

【請求項 3】

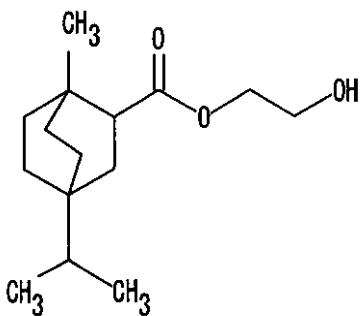
- テルピネン、アロオシメン、ミルセン、オシメン、 - ファルネセン、 - ファルネセン、 - フェランドレンの中から選ばれる少なくとも 1 種の化合物と末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート系化合物をディールス - アルダー反応し、さらに水添して得られる化学構造式を有する高沸点化合物。

40

【請求項 4】

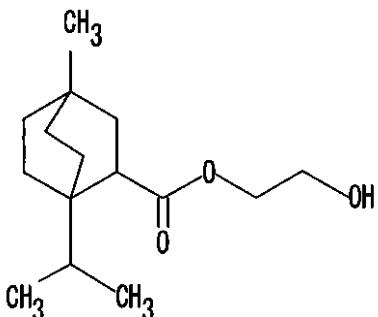
- テルピネン、アロオシメン、ミルセン、オシメン、 - ファルネセン、 - ファルネセン、 - フェランドレンの中から選ばれる少なくとも 1 種の化合物が、 - テルピネン、末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート化合物が、2 - ヒドロキシエチルアクリレートである、化 3 および / または化 4 の化学構造式を有する、請求項 3 記載の高沸点化合物。

【化3】



10

【化4】



20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、新規な高沸点化合物に関するものである。

本発明で使用する(メタ)アクリレート系化合物とは、アクリレート系化合物及びメタアクリレート系化合物の意味である。

【背景技術】

【0002】

高沸点溶剤は、ビヒクル成分としてのインキ組成物や電気絶縁油、感圧複写材料の染料溶解材料、ウレタン樹脂用希釈剤、エチレン-酢酸ビニル共重合体や熱可塑性エラストマー用の可塑剤、熱媒体、塗料用溶剤、ペースト用溶剤、ブレーク用溶剤等に使用されている。

それら、高沸点溶剤には、溶解力に優れ、安価であることから、石油系溶剤を主成分とする芳香族系溶剤が広く使用されている。

しかしながら、それら高沸点溶剤も、多くは沸点200～250程度の性状のものであり、250を越える性状を示すものはあまり見られない。

また、上記のように、高沸点溶剤として、芳香族系溶剤が広く使用されており、環境問題が社会問題になっている今日、それら、芳香族溶剤は好ましいものではない。

【特許文献1】特開平9-157189号公報

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

40

【0003】

本発明の目的は、インキ組成物のビヒクル成分や電気絶縁油、感圧複写材料の染料溶解材料、ウレタン樹脂用希釈剤、エチレン-酢酸ビニル共重合体や熱可塑性エラストマー用、熱媒体、塗料用溶剤、ペースト用溶剤、ポリマー原料、ブレーク用溶剤、感光性材料、ポリ乳酸等生分解性プラスチックの可塑剤等々に有用な、新規な高沸点化合物を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0004】

本発明は、-テルピネン、アロオシメン、ミルセン、オシメン、-ファルネセン、

50

- ファルネセン、 - フェランドレンの中から選ばれる少なくとも 1 種の化合物と末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート系化合物をディールス - アルダー反応して得られる化学構造式を有する高沸点化合物、ならびに、その水添物の化学構造式を有する高沸点化合物である。

【発明の効果】

【0005】

本発明の高沸点化合物は、沸点が 200 を十分越えるもので、300 付近の性状を有するものもあり、環境問題でも影響の少ない安全な新規な、高沸点化合物である。

本発明の高沸点化合物は、より高沸点性が要求される、インク組成物のビヒクル成分や電気絶縁油、感圧複写材料の染料溶解材料、ウレタン樹脂用希釈剤、エチレン - 酢酸ビニル共重合体や熱可塑性エラストマー用の可塑剤(粘・接着剤組成物)、熱媒体、塗料用溶剤、ペースト用溶剤、ポリマー原料、(メタ)アクリレート化合物等化学品の中間原料等、様々な用途に展開が可能となる。

粘・接着剤組成物として使用した場合、配合量は、市販の可塑剤(例:フタル酸ジオクチル等)を使用した場合に比べて耐熱性が向上する。

不飽和ポリエステルやポリカーボネートの原料の一部として使用した場合、使用しない場合に比べて、耐熱性向上の効果がより向上することになる。

また、本発明の高沸点化合物のうち、水添しない二重結合を有する化合物においては、さらに二重結合部分を酸化して、エポキシ化することにより、ホトレジストなどの感光性材料としても利用できるものである。

また、ポリ乳酸等の生分解性プラスチックとの相溶性にも優れており、今後この分野のフィルム化への展開も期待できるものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0006】

本発明の、 - テルピネン、アロオシメン、ミルセン、オシメン、 - ファルネセン、 - ファルネセン、 - フェランドレンの中から選ばれる 1 種の化合物(共役二重結合を有するテルペン化合物)と末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート系化合物をディールス - アルダー反応して得られる化学構造式を有する高沸点化合物、ならびに、その水添物について説明する。

一般に、テルペン化合物は、一般に植物の葉、樹、根などから得られる植物精油に含まれる化合物である。

ここでテルペンについて説明する。テルペンとは一般的に、イソプレン(C₅H₈)の重合体で、モノテルペン(C₁₀H₁₆)、セスキテルペン(C₁₅H₂₄)、ジテルペン(C₂₀H₃₂)等に分類される。テルペン化合物とは、これらを基本骨格とする化合物であり、分子中に二重結合を有している。

本発明で使用される共役二重結合を有するテルペン化合物としては、 - テルピネン(化 5)、アロオシメン(化 6)、ミルセン(化 7)、オシメン(化 8)、 - ファルネセン(化 9)、 - ファルネセン(化 10)、 - フェランドレン(化 11)が挙げられる。

これらの中で、容易に入手可能な - テルピネン、アロオシメン、ミルセンが好ましい

。

【0007】

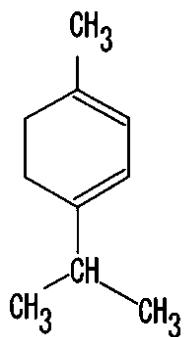
10

20

30

40

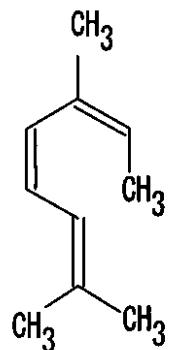
【化5】



10

【0 0 0 8】

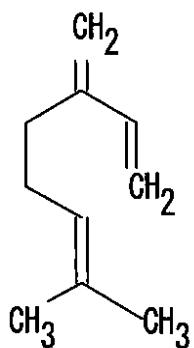
【化6】



20

【0 0 0 9】

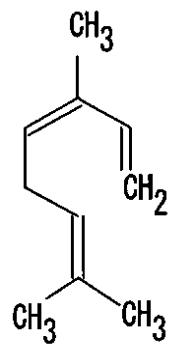
【化7】



30

【0 0 1 0】

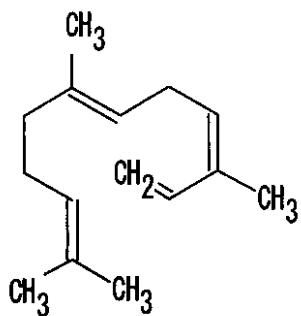
【化8】



40

【0 0 1 1】

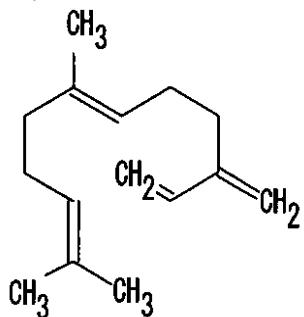
【化9】



10

【0012】

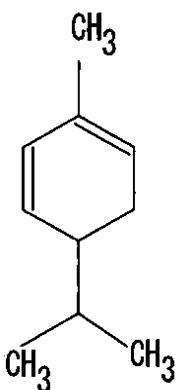
【化10】



20

【0013】

【化11】



30

【0014】

本発明の末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート系化合物について説明する。

本発明の上記(メタ)アクリレート系化合物としては、具体的には、2-ヒドロキシエチルアクリレート(CAS No. 818-61-1)、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、3-ヒドロキシプロピルアクリレート、3-ヒドロキシプロピルメタクリレート、4-ヒドロキシブチルアクリレート(CAS No. 2478-10-6)、4-ヒドロキシブチルメタクリレート、5-ヒドロキシペンチルアクリレート、5-ヒドロキシペンチルメタクリレート、ポリエチレングリコールアクリレート、ポリエチレングリコールメタクリレート、ポリプロピレングリコールアクリレート、ポリプロピレングリコールメタクリレート等が挙げられる。

【0015】

本発明で使用されるディールス-アルダー反応は、一般的な化学書等に記載されている公知の技術である。

ディールス-アルダー反応は、共役二重結合(1,3-ジエン)を有する化合物が、オレフィン類と環状付加して、シクロヘキセン骨格を生成する反応である。

【0016】

40

50

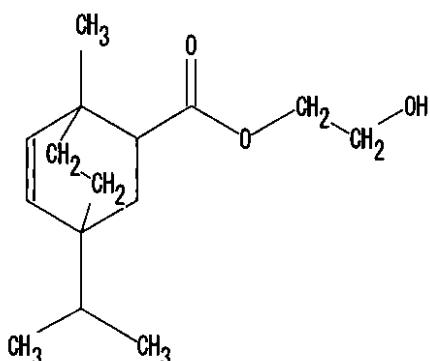
本発明をさらに具体的に説明する。

下記化12、化13の混合物である本発明の高沸点化合物は、例えば、-テルピネン(化1)1.0モルと2-ヒドロキシエチルアクリレート1.0~4.0モル、好ましくは-テルピネン1.0モルと2-ヒドロキシエチルアクリレート1.0~1.5モルを、ルイス酸触媒下、あるいは無触媒下、100~170の温度で、0.5~24時間反応させることにより得られる。溶媒は使用しなくてもよいが、パラメンタン等の高沸点の二重結合や官能基を有しない溶媒を使用してもよい。触媒は使用しなくてもよいが、エチルアルミニウムジクロライドなどの触媒を0.1~100ミリモル程度で使用してもよい。

原料の-テルピネンや2-ヒドロキシエチルアクリレートの純度は、純度がより高いほど好ましいが、反応開始時、少なくとも、60重量%以上であることが望ましい。

【0017】

【化12】



10

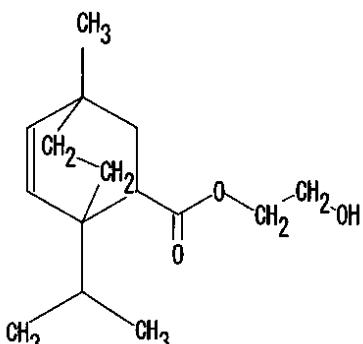
20

30

40

【0018】

【化13】



【0019】

本発明の-テルピネン、アロオシメン、オシメン、ミルセン、ファルネセン、-フェランドレンの中から選ばれる少なくとも1種の化合物と末端に水酸基を有する(メタ)アクリレート系化合物をディールス-アルダー反応し、さらに水添して得られる高沸点化合物における水添反応について説明する。

【0020】

水添する方法としては、特に限定されるものではなく、例えば、パラジウム、ルテニウム、ロジウムなどの貴金属またはそれらを活性炭素、活性アルミナ、珪藻土などの担体上に担持したものを触媒として使用して行う方法が挙げられる。

この時、粉末状の触媒を懸濁攪拌しながら反応を行うバッチ方式にすることも、成形した触媒を充填した反応塔を用いた連続方式にすることも可能であり、反応形式に特に制限はない。

【0021】

触媒の使用量は、反応がバッチ方式の場合、原料であるフェノール類に対し0.1~50重量%、好ましくは0.2~20重量%である。触媒量が0.1重量%未満では、水素

50

化反応速度が遅くなり、一方、50重量%を超えても触媒効果が上がらないので好ましくない。

【0022】

水添の際、反応溶媒は用いなくてもよいが、通常、アルコール類、エーテル類、エスチル類、飽和炭化水素類が使用される。

【0023】

水添の際の反応温度は、特に限定されないが、通常20～250、好ましくは、50～200である。反応温度が20未満であると、水素化速度が遅くなり、一方、250を超えると、水添物の分解が多くなる恐れがある。

【0024】

水添の際の水素圧は、通常10～200kgf/cm²(9.8×10⁴～196.0×10⁴Pa)である。好ましくは、20～50kgf/cm²(19.6×10⁴～49.0×10⁴Pa)である。

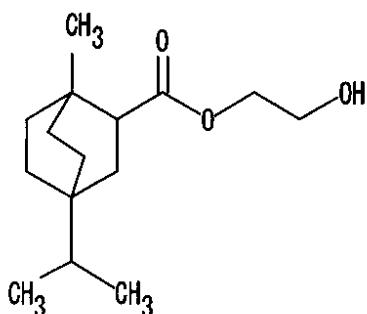
水添することにより、水添する前の化合物に比べて、色相が改善される。

【0025】

上記の化12、化13の高沸点化合物を水添(水素添加)することにより、下記、化14、化15とすることができる。

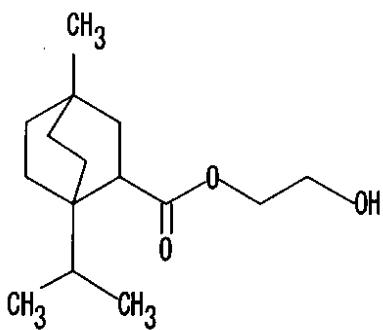
【0026】

【化14】



【0027】

【化15】



【0028】

上記、化12、化13、化14、化15等の本発明の高沸点化合物は、5～7mmHg/160～180の減圧蒸留等により、より高純度の化合物を得ることが出来る。

【0029】

本発明の高沸点化合物の構造は、NMR(核磁気共鳴法)、GC-MS(ガスクロマトグラフィー質量分析法)、IR(赤外分光分析)などにより解析することが出来る。

具体的には、NMRにおいて、水素原子の数や種類は、¹H-NMRスペクトルにより、炭素原子の数や種類は、¹³C-NMRスペクトルにより確認することが出来る。

また、GC-MS(ガスクロマトグラフィー質量分析法)においては、分子量や原子団を確認することが出来る。さらに、IRにおいては、官能基の種類や原子間の結合の種類

10

20

30

40

50

を確認することが出来る。

【実施例】

【0030】

以下、本発明を実施例により説明する。ただし本発明は実施例により限定されるものではない。

実施例 1

(化12、化13の化合物の製造)

温度計、攪拌装置、滴下ロートおよび冷却管を備えた内容積2リットルの4つ口フラスコに、ヤスハラケミカル(株)製 - テルビネン(純度76%)40.0g(2.94モル相当)を仕込んだのち、160の温度に保持しながら、2-ヒドロキシ-エチルアクリレート(和光純薬製、純度98%)350.0g(3.02モル相当)を1時間かけて滴下した。その後、160で4時間加熱し、攪拌した。この生成物を、5mmHgの減圧蒸留、178~190で、留去させ、化12、化13の混合物からなる、淡黄色の液体である化合物248.48g(蒸留品A)を得た(色相:APHA94)。

この蒸留品AをAgilent Technologies社製6890N型ガスグローマトグラフィーにより分析した結果、2本のピークの合計純度は94.31%であった。

なお、この蒸留品Aの物性値は下記の通りであった。

粘度: 214 cps / 25、屈折率(20): 1.4934、沸点: 285~292、引火点: 174。

【0031】

さらに、この蒸留品Aについて、NMRおよびGC-MS(Hewlett Packard社製6890型)、IR(パーキンエルマー社製Spectrum OneシステムB型)により、以下の構造解析を行った。

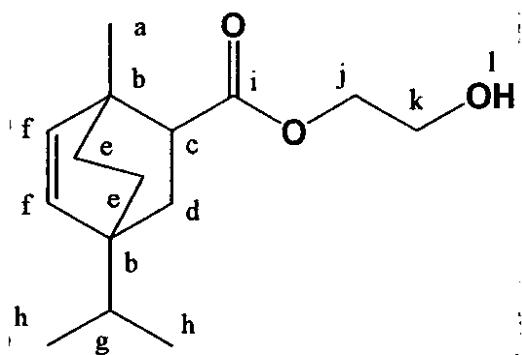
NMRデータ(1Hと13Cのチャート)、GC-MSデータ、IRデータをそれぞれ図1、図2、図3、図4、5に掲載した。

【0032】

ここで、蒸留品Aの1H(図1)、13C(図2)のNMRスペクトルについて説明する。ただし、化12および化13の化合物の各分子の位置関係は、化12A、化13Aのとおりとした。

【0033】

【化12A】



【0034】

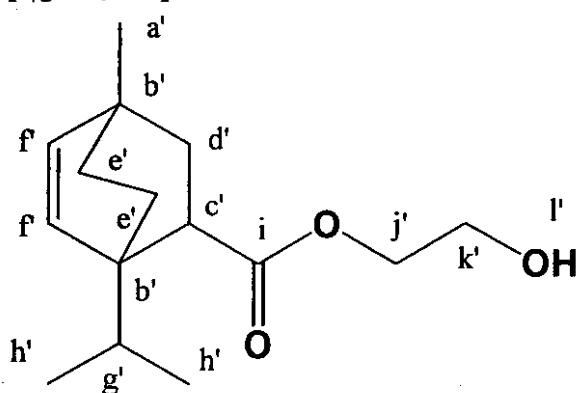
10

20

30

40

【化13A】



10

【0035】

蒸留品Aの¹HのNMRスペクトルにおけるケミカルシフトを表1に、蒸留品Aの¹³CのNMRスペクトルにおけるケミカルシフトを表2に示す。

【0036】

【表1】

δ (ppm)	プロトン数	開裂状態	帰属
0.88	6	d	H
1.08, 1.12	3	s	A
1.20~1.77	6	m	E
1.92	1	m	G
2.30	1	brs	L
2.48, 2.72	1	ddd	C
3.71	2	dd	K
4.08	2	ddd	J
5.86, 5.99, 6.10	2	d	F

20

【0037】

【表2】

δ (ppm)	炭素種	帰属
16.7, 18.6	CH3	h, h'
18.0 × 2,	CH3	h, h'
22.9	CH2	d, d'
24.5, 24.7	CH3	a, a'
27.9, 30.7	4級	b, b'
32.6	CH2	d, d'
33.3, 33.6	CH	g, g'
35.7, 36.2	4級	e, e'
40.6, 41.5	CH2	d, d'
46.7, 49.1	CH	c, c'
61.1	CH2	k, k'
65.6	CH2	j, j'
134.6, 135.6	CH	f, f'
135.3 × 2	CH	f, f'
175.9, 176.0	4級	i, i'

40

【0038】

50

図3に蒸留品AのG C - M Sのデータを掲載した。分子量252が確認された。

【0039】

図4、5の蒸留品AのI Rデータを説明する。3456 c m - 1の幅広い吸収ピークは、O - Hの伸縮振動によるものである。1064 c m - 1の吸収ピークは、C - Oの伸縮振動によるものである。1733 c m - 1の吸収ピークは、エステル基におけるC = O伸縮振動であり、1100 ~ 1300 c m - 1の吸収帯は、エステル基の吸収帯である。

2800 ~ 3000 c m - 1付近の吸収ピークは、C - Hの伸縮振動、1350 ~ 1456 c m - 1付近の吸収ピークは、C H 2基やC H 3基の吸収である。

3038 c m - 1の吸収帯は、C = CのC - H伸縮振動、1618 c m - 1の吸収帯は、C = Cの伸縮振動である。

10

以上のN M RおよびG C - M S、I Rデータより、蒸留品Aは、化12、化13の化合物であることを確認した。

【0040】

参考例1

(蒸留品Aの溶剤としての性状)

沸点：285 ~ 292、引火点：174、粘度：214 c p s / 25。

(蒸留品Aの発煙性試験結果)

発煙が見られない。

発煙性試験：180に加熱されたホットプレートにアルミニウム箔の皿に試料0.1 gを取り、試料をトールビーカーで覆い機密性を保ち、30秒後の内部の発煙状態を観察した。発煙が多く見られるものを×、やや発煙が見られるものを、発煙が見られないものをとした。

20

。

【0041】

参考例2

(感光性モノマーとしての利用)

温度計、空気吹き込み管、還流冷却管、攪拌機を備えた、500 m l、四つ口フラスコに、実施例1で得られた蒸留品Aを85.7 g(約0.34モル)と炭酸ナトリウムの粉末を1 g仕込み、100で攪拌しながら、空気を100 m l / 分のスピードで吹き込み24時間反応を行った。その後、150に温度を上げ1時間攪拌した。反応物は減圧蒸留し、未反応留分を留去した後、留分69.8 gを得た。ガスクロマトグラフィーによる純度は95%であった。得られた留分の化学構造式は、下記化16、17と推定される。

30

この化16、17のエポキシ化したオキサイド化合物は、光カチオン重合開始剤と併用して使用することにより、耐熱性を有するフォトレジスト等の感光性材料として使用できる。

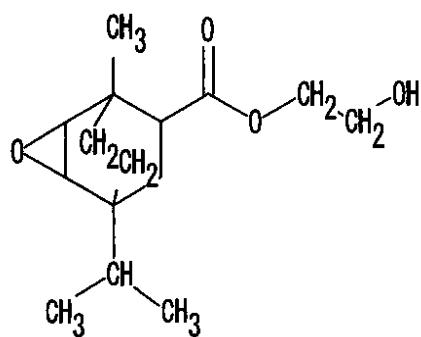
また、化16、17のエポキシ化したオキサイド化合物は、水酸基部分を(メタ)アクリル酸等とエステル化反応させた後、感光性材料として使用することもできる。

また、化16、17のエポキシ化したオキサイド化合物は、水酸基部分を、例えば、メチルスルホキシドの存在下に苛性ソーダなどを添加して反応させることによりエピクロルヒドリンなどを反応させることにより、ジオキサイド化合物とし、感光性材料として使用することもできる。

40

【0042】

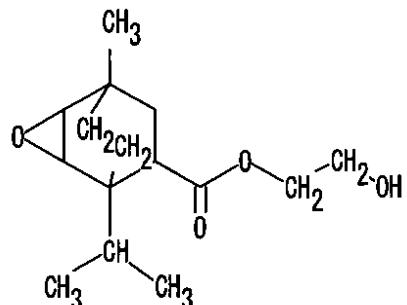
【化16】



10

【0043】

【化17】



20

【0044】

実施例2

(化14、化15の化合物の製造)

実施例1で得られた蒸留物(ガスクロマトグラフィー純度94.31%)を150.0g、シクロヘキサンを200ml、および粉末状の5%ルテニウム担持アルミナ触媒1.0gを仕込み、次いで、これを密閉し、雰囲気を窒素ガスで置換した後、水素ガス3kg/cm²の圧力をかけながら導入した。そして攪拌しながら加熱し50℃となったところで、水素の圧力を5kg/cm²とし、吸収された水素を補うことで圧力を5kg/cm²に保ちながら2時間反応させ、無色の液体である化合物(蒸留品B)142gを得た(色相:APHA41)。

この蒸留品BをAgilent Technologies社製6890N型ガスクロマトグラフィーにより分析した結果、2本のピークの合計純度は94.91%であった。

なお、この蒸留品Bの物性値は下記の通りであった。

粘度:240cps/25℃、屈折率(20℃):1.4869、沸点:315~322℃、引火点:173℃。

【0045】

さらに、この蒸留品Bについて、NMRおよびGC-MS(Hewlett Packard社製6890型)、IR(パーキンエルマー社製Spectrum OneシステムB型)により、構造解析を行った。

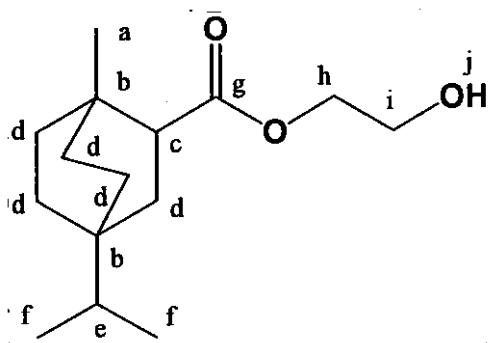
NMRデータ(1Hと13Cのチャート)、GC-MSデータ、IRデータをそれぞれ図6、図7、図8、図4、5に掲載した。

【0046】

ここで、蒸留品Bの1H(図6)、13C(図7)のNMRスペクトルについて説明する。ただし、化14および化15の化合物の各分子の位置関係は、化14B、化15Bのとおりとした。

【0047】

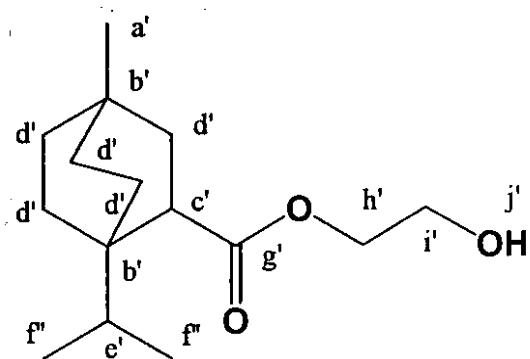
【化14B】



10

【0048】

【化15B】



20

【0049】

蒸留品 B の ^1H の NMR スペクトルにおけるケミカルシフトを表 3 に、蒸留品 B の ^1C の NMR スペクトルにおけるケミカルシフトを表 4 に示す。

【0050】

【表3】

δ (ppm)	プロトン数	開裂状態	帰属
0.74	6	d	f, f'
0.79, 0.80	3	s	a, a'
1.20~1.60	10	m	d, d'
1.70~1.81	1	m	e
2.16	1	brs	j
2.40, 2.72	1	ddd	c, c'
3.77	2	brs	h, h'
4.15	2	t	i, i'

30

【0051】

40

【表4】

δ (ppm)	炭素種	帰属
17.3 × 2	CH3	f, f'
24.9	CH2	d, d'
25.6	CH2	d, d'
25.9	CH2	d, d'
27.7, 27.9	CH3	a, a'
28.6, 30.9	4級	b, b'
32.0, 32.4	CH	e, e'
33.0, 33.2	CH2	d, d'
35.4	CH2	d, d'
36.5, 37.8	4級	b, b'
44.4, 47.3	CH	c, c'
61.3	CH2	i, i'
65.6	CH2	h, h'
176.6	4級	g, g'

10

【0052】

図8に蒸留品BのGC-MSのデータを掲載した。分子量254が確認された。

20

【0053】

図4、5のIRの蒸留品Bのデータを解析する。3447cm⁻¹の幅広い吸収ピークは、O-Hの伸縮振動によるものである。1082cm⁻¹の吸収ピークは、C-Oの伸縮振動によるものである。1733cm⁻¹の吸収ピークは、エステル基におけるC=O伸縮振動であり、1100~1300cm⁻¹の吸収帯は、エステル基の吸収帯である。

2800~3000cm⁻¹付近の吸収ピークは、C-Hの伸縮振動、1350~1456cm⁻¹付近の吸収ピークは、CH₂基やCH₃基の吸収である。

蒸留品Bにおいては、蒸留品Aで見られた3038cm⁻¹や1618cm⁻¹のC=C由来の吸収ピークが無くなっているのが特徴である。

以上のNMRおよびGC-MS、IRデータより、蒸留品Bは、化14、化15の化合物であることを確認した。

【0054】

参考例3

(蒸留品Bの溶剤としての性状)

沸点: 315~322、引火点: 173、粘度: 240cps/25。

(蒸留品Bの発煙性試験結果)

発煙が見られない。

発煙性試験: 180に加熱されたホットプレートにアルミニウム箔の皿に試料0.1gを取り、試料をトールビーカーで覆い機密性を保ち、30秒後の内部の発煙状態を観察した。発煙が多く見られるものを×、やや発煙が見られるものを、発煙が見られないものをとした。

【産業上の利用可能性】

【0055】

本発明の新規高沸点化合物は、ポリマー、粘接着剤の原料、可塑剤、溶剤、インク組成物のビヒクル成分や電気絶縁油、感圧複写材料の染料溶解材料、ウレタン樹脂用希釈剤、熱媒体、ペースト用溶剤等などに使用することが出来る。

【図面の簡単な説明】

【0056】

【図1】蒸留品Aの¹Hの核磁気共鳴スペクトルのチャートである。(実施例1)

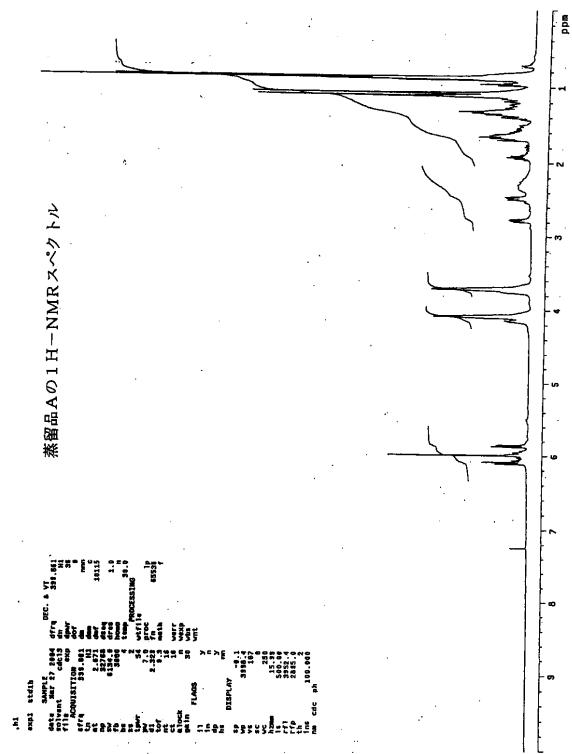
【図2】蒸留品Aの¹³Cの核磁気共鳴スペクトルのチャートである。(実施例1)

40

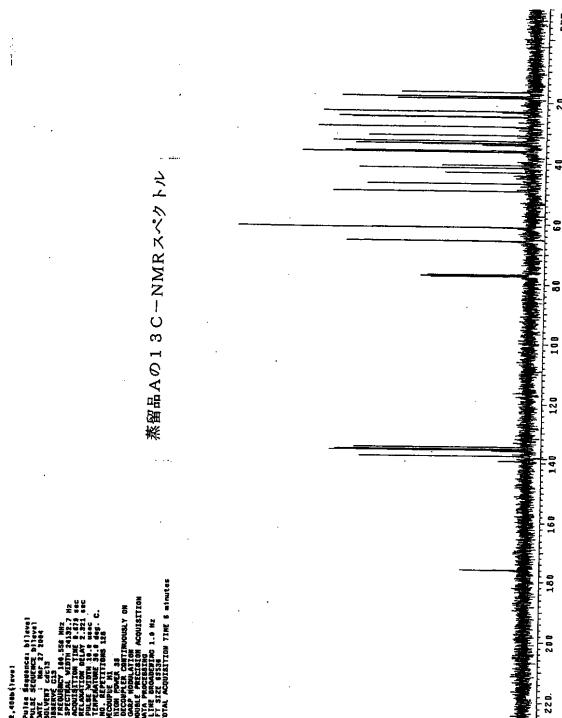
50

- 【図3】蒸留品AのG C - M Sスペクトルのチャートである。(実施例1)
- 【図4】蒸留品AおよびBのI Rスペクトルのチャート(1)である。(実施例1、2)
- 【図5】蒸留品AおよびBのI Rスペクトルのチャート(2)である。(実施例1、2)
- 【図6】蒸留品Bの ^1H の核磁気共鳴スペクトルのチャートである。(実施例2)
- 【図7】蒸留品Bの ^{13}C の核磁気共鳴スペクトルのチャートである。(実施例2)
- 【図8】蒸留品BのG C - M Sスペクトルのチャートである。(実施例2)

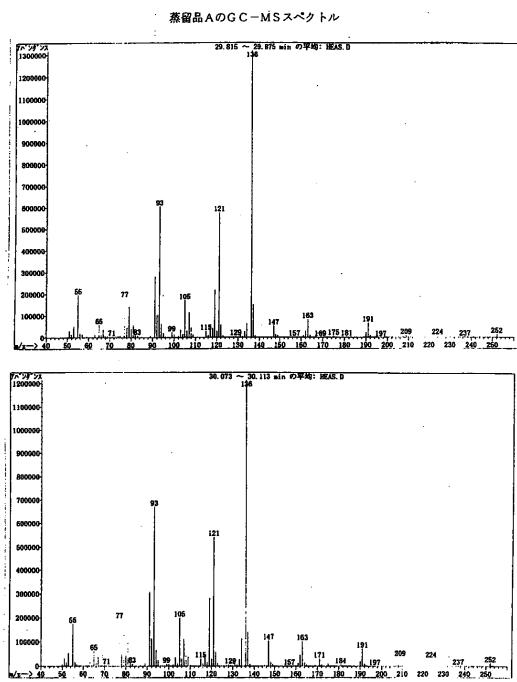
【図1】



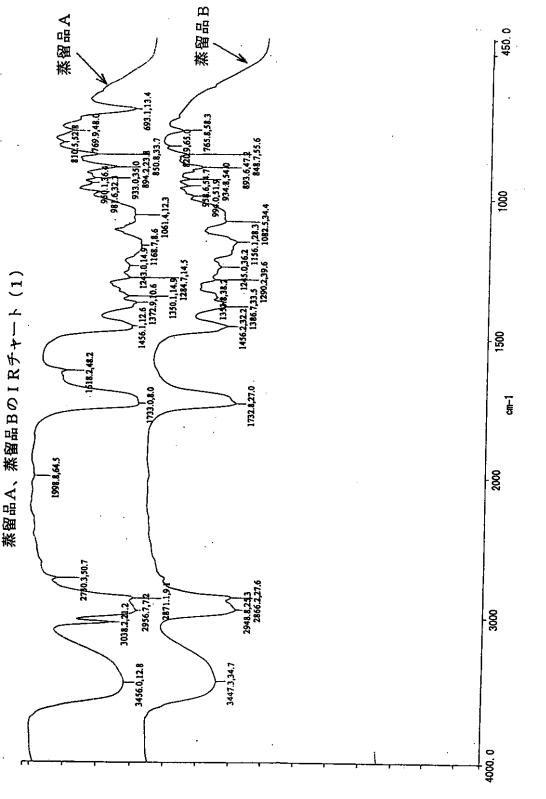
【図2】



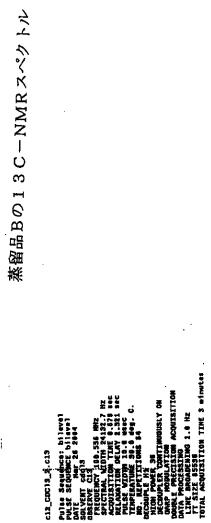
【図3】



【図4】



【 図 7 】



【 四 8 】

