

既存添加物 自主規格 ラック色素確認試験 薄層クロマトグラフィー用担体について

## 【目的】

自主規格第四版のラック色素確認試験（3）改訂案にて、薄層クロマトグラフィーの担体として用いている化学結合型オクタデシルシランについて、Merck 社製品と Whatman 社製品の比較を行う。

## 【薄層板】

Merck 社 RP-18F<sub>254s</sub>

Whatman 社 REVERSED PHASE OCTADECYLSILANE BOUNDED KC<sub>18</sub>

## 【供試サンプル】

	LOT	色価		LOT	色価
三栄源エフ・エフ・アイ(株)	① R-4021	1491	ヤエガキ醸造技研(株)	A -	1509
	② R-4014	1518		B -	1415
	③ R-5004	1496			

## 【方法】

検液 表示量から、色価1,000に換算して0.1gに相当する量を取り、エタノール10mlを加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。

展開溶媒 メタノール/0.5Mシユウ酸混液（5 5 4 5）

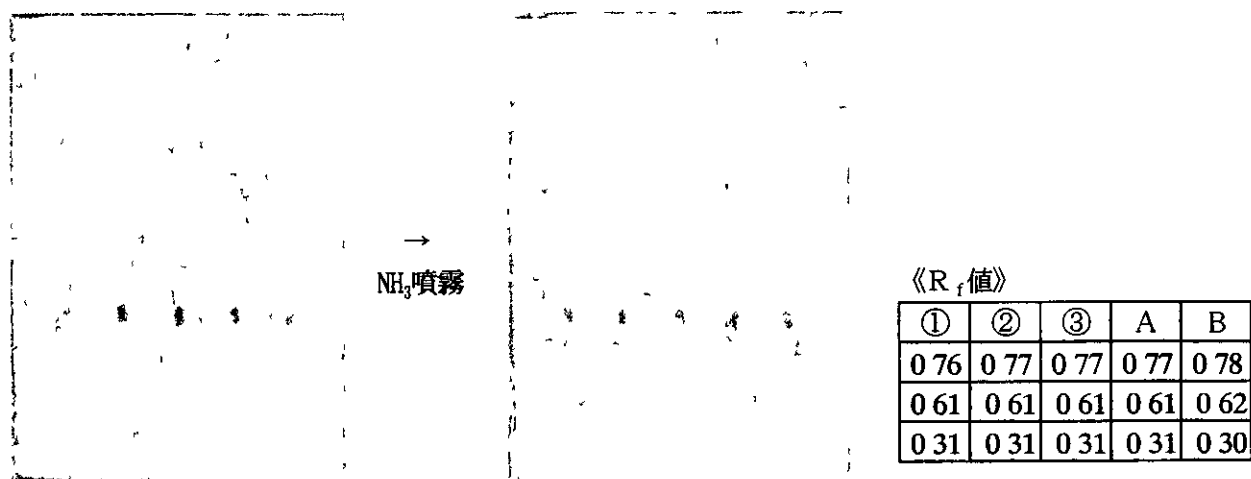
担体の活性化 薄層板を110℃で1時間乾燥し、そのままオープン内で室温になるまで放冷した。

検液2μlをアプライし、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧した。

## 【結果】

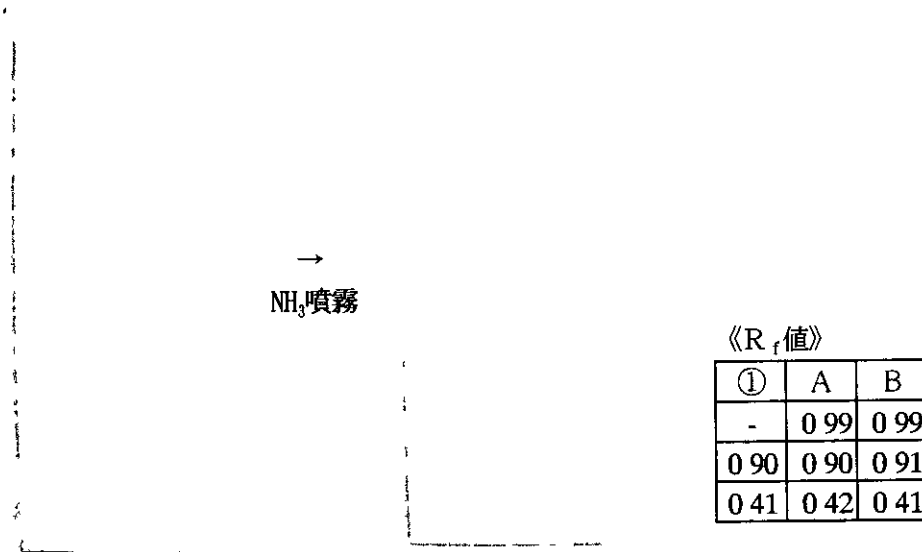
○MERCK社 RP-18F<sub>254s</sub>

R<sub>f</sub>値が0.29~0.45の範囲及び、R<sub>f</sub>値が0.55~0.70の範囲にだいたい色のスポットを認める。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫色を呈する。



○Whatman社 REVERSED PHASE OCTADECYLSILANE BOUNDED KC<sub>18</sub>

R<sub>f</sub>値が0.88~0.93の範囲に赤紫色の大きなスポットを認める。また、R<sub>f</sub>値が0.40~0.55の範囲にだいたい色のスポットを認める。



R<sub>f</sub>値が0.88~0.93の範囲に見られる赤紫色の大きなスポットの上に、さらに同じ色の小さなスポットが見られた。

【まとめ】

担体として化学結合型オクタデシルシランを使用する場合、Merck社製品とWhatman社製品で全く異なる結果が得られました。

【参考】

現行の第三版既存添加物自主規格では、確認試験法(3)は以下のようになっております。

本品の表示量から、色価1,000に換算して0.1gに相当する量を取り、エタノール10mlを加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液2μlを量り、対照液を用いず、n-ブタノール/水/酢酸混液(4:2:1)を展開溶媒として紙クロマトグラフィーを行うときR<sub>f</sub>値が0.4付近に帯黄赤~赤色のスポットを認める。R<sub>f</sub>値0.2付近にも、スポットが認められることがある。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫色を呈する。展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察する。

平成16年2月9日

## ラック色素確認試験結果報告書

長谷川香料株式会社

## 1. 方法

## ・逆相TLCの場合

本品の表示量から、色価1,000に換算して0.1gに相当する量を取り、エタノール10mlを加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液2 $\mu$ lを量り、対照液を用いず、メタノール/0.5Mシュウ酸(55/45)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行なった。ただし薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用化学結合型オクタデシルシランを110℃で1時間乾燥したものを使用し、展開溶媒の先端が約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧した。

## ・セルロースの場合

本品の表示量から、色価1,000に換算して0.1gに相当する量を取り、エタノール10mlを加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液2 $\mu$ lを量り、対照液を用いず、*n*-ブタノール/水/酢酸混液(4/2/1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行なった。ただし薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用セルロースを110℃で1時間乾燥したものを使用し、展開溶媒の先端が約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧した。

## 2. 試験サンプル

ラック色素

	色価
LOT A	1631
LOT B	1468
LOT C	1552

## 3. 結果

使用した薄層板

	メーカー	品名	用途
①	Merck	RP-18F254S	逆相
②	Whatmann	KC-18	逆相
③	Merck	Cellulose 5716	セルロース

## 1) 逆相 展開溶媒 メタノール/0.5Mシュウ酸 (55/45)

薄層板	スポット	Rf値										NH <sub>3</sub> 水 噴霧 前後	
		1回目			2回目			3回目			ave		
		LOT A	LOT B	LOT C	LOT A	LOT B	LOT C	LOT A	LOT B	LOT C			
①	上	0.84	0.84	0.85	0.85	0.85	0.84	0.85	0.85	0.85	0.85	0.85	紫
	中	0.57	0.58	0.57	0.56	0.56	0.55	0.57	0.57	0.58	0.57	0.57	紫
	下	0.27	0.30	0.30	0.28	0.28	0.28	0.29	0.29	0.30	0.29	0.29	紫
②	上	0.91	0.92	0.93	0.91	0.92	0.91	0.89	0.89	0.92	0.91	0.91	紫
	中	0.55	0.54	0.52	0.54	0.52	0.53	0.53	0.53	0.47	0.53	0.53	紫
	下	0.46	0.44	0.44	0.45	0.43	0.43	0.45	0.45	0.55	0.46	0.46	紫

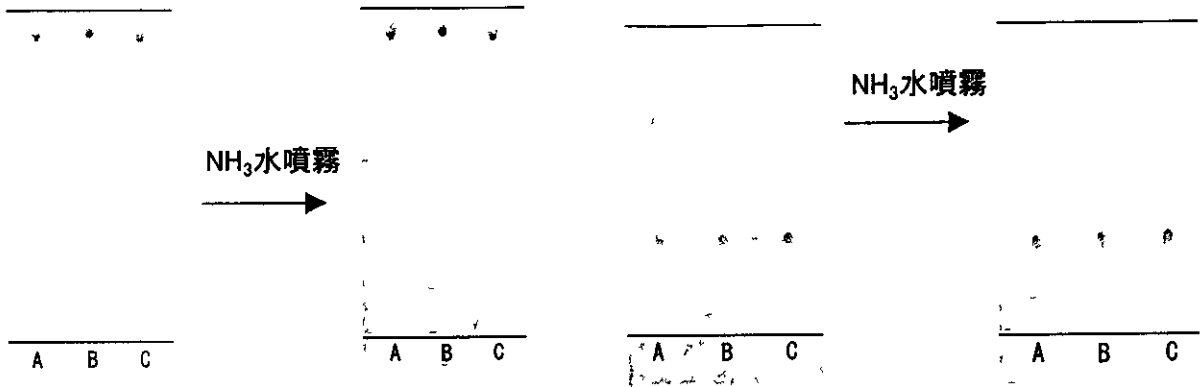
2) セルロース 展開溶媒 *n*-ブタノール/水/酢酸 (4/2/1)

薄層板	スポット	Rf値										NH <sub>3</sub> 水 噴霧 前後	
		1回目			2回目			3回目			ave		
		LOT A	LOT B	LOT C	LOT A	LOT B	LOT C	LOT A	LOT B	LOT C			
③	上	0.45	0.43	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.45	0.45	0.44	0.44	橙
	中	0.25	0.24	0.22	0.24	0.24	0.25	0.26	0.25	0.25	0.24	0.24	紫
	下	0.20	0.19	0.18	0.19	0.19	0.20	0.21	0.20	0.21	0.20	0.20	紫

1) 逆相 展開溶媒 メタノール/0.5Mシュウ酸 (55/45)

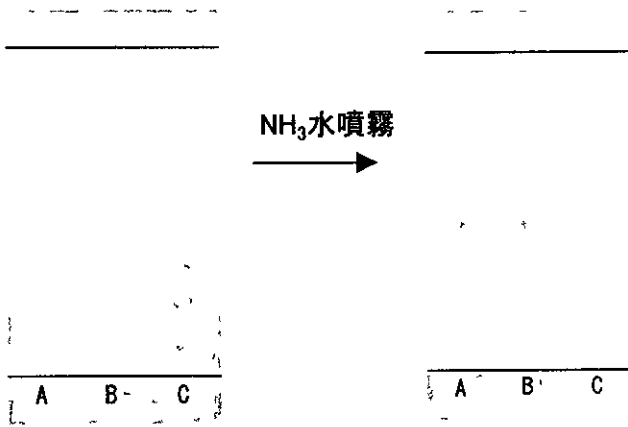
①Merck RP-18F254S

②Whatmann KC-18



2) セルロース 展開溶媒 n-ブタノール/水/酢酸 (4/2/1)

①MERCK Cellulose 5716



## 別紙－2

会社-1 三栄原  
逆相 M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	0.76	0.77	0.77	0.76	0.77	0.78	0.75	0.77	0.78	0.77
中	0.62	0.63	0.64	0.61	0.63	0.64	0.59	0.62	0.63	0.62
下	0.35	0.34	0.34	0.34	0.34	0.35	0.34	0.34	0.35	0.34

逆相 W

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	0.90	0.91	0.90	0.91	0.92	0.91	0.89	0.89	0.89	0.90
中										
下	0.49	0.48	0.49	0.48	0.49	0.48	0.49	0.49	0.49	0.49

セルロース-M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	0.53	0.54	0.55	0.56	0.56	0.56	0.56	0.54	0.54	0.55
中	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.29	0.29	0.29	0.29	0.30
下	0.24	0.24	0.24	0.23	0.23	0.23	0.22	0.22	0.23	0.23

セルロース-Fluka

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	0.54	0.54	0.54	0.55	0.55	0.55	0.56	0.56	0.55	0.55
中	0.45	0.46	0.45	0.46	0.48	0.49	0.47	0.47	0.47	0.47
下										#DIV/0!

\* サンプルA B CのRf値はほとんど同じになっている。

会社-2 アイゼン  
逆相 M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	0.78	0.78	0.78	0.77	0.78	0.78	0.78	0.79	0.78	0.78
中	0.55	0.55	0.54	0.54	0.55	0.55	0.56	0.56	0.55	0.55
下	0.35	0.35	0.35	0.34	0.35	0.35	0.36	0.36	0.34	0.35

逆相 W

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	0.90	0.92	0.91	0.92	0.93	0.93	0.88	0.90	0.91	0.91
中										
下	0.45	0.45	0.45	0.48	0.47	0.48	0.48	0.46	0.48	0.47

セルロース-M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	0.53	0.51	0.53	0.51	0.51	0.53	0.51	0.51	0.52	0.52
中	0.30	0.28	0.25	0.25	0.27	0.30	0.25	0.25	0.28	0.27
下	0.24	0.22	0.19	0.20	0.21	0.23	0.18	0.20	0.22	0.21

セルロース-Fluka

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値 #DIV/0!
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上										
中	0.40	0.38	0.38	0.38	0.37	0.38	0.37	0.38	0.39	0.38
下	0.08	0.05	0.05	0.08	0.05	0.05	0.06	0.05	0.07	0.06

会社-3 ヤエガキ  
逆相 M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
	0.94	0.93	0.95	0.96	0.97	0.96				0.95
上	0.80	0.79	0.79	0.79	0.80	0.80	0.85	0.85	0.85	0.80
中	0.58	0.59	0.58	0.58	0.58	0.57	0.57	0.57	0.58	0.58
下	0.30	0.30	0.30	0.28	0.29	0.29	0.29	0.29	0.30	0.29

逆相 W

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	0.93	0.93	0.92	0.90	0.90	0.91	0.90	0.90	0.90	0.91
中										
下										

セルローズ-M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	0.51	0.50	0.49	0.48	0.47	0.47	0.51	0.48	0.49	0.49
中	0.28	0.26	0.26	0.26	0.26	0.27	0.28	0.27	0.28	0.27
下	0.20	0.20	0.20	0.19	0.19	0.19	0.20	0.19	0.21	0.20

セルローズ-Fluka

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	0.53	0.52	0.52	0.53	0.52	0.53				0.53
中										#DIV/0!
下										#DIV/0!

\* だいたい色のスポットであった。



会社-4 OCI  
逆相 M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
		0.85								
上										
中	0.65	0.64	0.65							0.65
下	0.36	0.36	0.36							0.36
	0.26	0.25	0.25							0.25
	0.15	0.12	0.10							0.12

逆相 W

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	0.90	0.90	0.90							0.90
中										
下	0.44	0.44	0.44							0.44

セルローズ-M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	0.51	0.45	0.51	0.50	0.45	0.50	0.48	0.47	0.48	0.48
中	0.34	0.27	0.27	0.33	0.27	0.27	0.32	0.30	0.26	0.29
下	0.25	0.19	0.20	0.24	0.19	0.20	0.22	0.22	0.19	0.21

セルローズ-Fluka

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	(0.50)			(0.50)			(0.52)			#DIV/0!
中	(0.44)			(0.41)			(0.44)			#DIV/0!
下	(0.20-0.45)			(0.19-0.46)			(0.20-0.49)			#DIV/0!

会社-5 タイショーテクノス  
逆相 M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
	090	090	090	090	090	090	090	090	090	090
上	077	077	077	077	077	077	077	077	076	077
中	060	059	060	060	059	059	059	060	060	060
下	034	033	034	033	033	033	033	034	034	033

逆相 W

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	087	088	085	089	088	087	088	088	086	087
中										
下										

セルロース-M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	053	051	052	051	050	052	051	051	053	052
中										
下	019	017	018	018	017	018	018	017	021	018

セルロース-Fluka

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上										#DIV/0!
中	043	040	040	041	040	040	041	041	042	041
下										#DIV/0!

会社-6 長谷川香料  
逆相 M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	084	084	085	085	085	084	085	085	085	085
中	057	058	057	056	056	055	057	057	058	057
下	027	030	030	028	028	028	029	029	030	029

逆相 W

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	091	092	093	091	092	091	089	089	092	091
中	055	054	052	054	052	053	053	053	055	053
下	046	044	044	045	043	043	045	045	047	045

セルロース-M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	045	043	044	044	044	044	044	045	045	044
中	025	024	022	024	024	025	026	025	025	024
下	020	019	018	019	019	020	021	020	021	020

セルロース-Fluka

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	平均値
上	052	052	052	051	051	051				052
中	045	045	045	045	045	045				045
下	005	006	007	007	010	012				008

会社-7 キリヤ化学

逆相 M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	081	081	081	082	080	081	081	080	079	081
中	052	052	054	052	056	058	060	061	061	056
下	026	027	027	028	028	029	029	029	030	028

逆相 W

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	093	093	093	094	094	094	092	092	092	093
中										
下	047	047	047	048	048	048	047	047	047	047

セルロース-M

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上	038	042	043	043	045	046	045	046	048	044
中	019	018	020	020	020	021	022	022	023	021
下	013	014	015	015	015	016	017	016	017	015

セルロース-Fluka

	1回目	1回目	1回目	2回目	2回目	2回目	3回目	3回目	3回目	平均値
サンプル	A	B	C	A	B	C	A	B	C	
上										#DIV/0!
中										#DIV/0!
下										#DIV/0!

\* 全て、原点からのテーリングであった。

# ラック色素の TLC 分析試験

アイゼン保土谷株式会社

## 1 概要

ラック色素の食品添加物第 8 版公定書への検討用データの作成のため、TLC 分析試験を実施した。

使用した TLC は、逆相 TLC (Merck 社製、Whatman 社製) 及び結晶性セルロース (Merck 社製) を用いた。その結果、逆相 TLC の場合はメーカーによる展開の差が大きく、セルロースは良好な分離を示した。以下にその詳細を報告する。

## 2 TLC の分析条件

【使用サンプル】

サンプル	A	B	C
色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ )	1631	1468	1552

【逆相 TLC の場合】

### 1) 使用 TLC プレート

- ① Merck 社製 RP-18F254S
- ② Whatman 社製 REVERSED PHASE OCTADECYLSILANE BOUNDED KC18

### 2) 展開条件

本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を取り、エタノール 10ml を加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液 2 $\mu$ l を量り、対照液を用いず、メタノール / 0.5M シュウ酸混液 (55 : 45) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う時、Rf 値が 0.30~0.40 の範囲、Rf 値が 0.55~0.65 の範囲にだいたい色のスポットを認める。また、Rf 値が 0.75~0.80 の範囲にも赤紫色のスポットを認める。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫~暗紫色を呈する。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用化学結合型オクタデシルシランを 110℃で 1 時間乾燥させたものを使用する。展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇した時に展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧する。

【セルロースの場合】

### 1) 使用 TLC プレート

Merck 社製 セルロース (粒径 2~15 $\mu$ m)

### 2) 展開条件

本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を取り、エタノール 10ml を加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液 2 $\mu$ l を量り、対照液を用いず、n-ブタノール/水/酢酸混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う時、Rf 値が 0.50~0.60

に帯黄赤～赤色のスポットを認める。Rf 値が 0.20～0.35 の範囲にも 2 個の帯黄赤～赤色のスポットを認める。また、Rf 値が 0.50～0.60 の範囲にも赤紫色のスポットを認める。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫～暗紫色を呈する。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用化学結合型オクタデシルシランを 110℃で 1 時間乾燥させたものを使用する。展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇した時に展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧する。

【結果】 下記の展開写真は、サンプル A,B,C の順

① 逆相 TLC

[Merck RP 18F<sub>245S</sub>]

⇒  
NH<sub>3</sub> 噴霧

スポット	1 回目			2 回目			3 回目		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
上	0.78	0.78	0.78	0.77	0.78	0.78	0.78	0.79	0.78
中	0.55	0.55	0.54	0.54	0.55	0.55	0.56	0.56	0.55
下	0.35	0.35	0.35	0.34	0.35	0.35	0.36	0.36	0.34

[Whatman KC 18]

⇒  
NH<sub>3</sub> 噴霧

スポット	1 回目			2 回目			3 回目		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
上	0.90	0.92	0.91	0.92	0.93	0.93	0.88	0.90	0.91
下	0.45	0.45	0.45	0.48	0.47	0.48	0.48	0.46	0.48

② セルロース

[Merck5716]

⇒  
NH<sub>3</sub>  
噴霧

スポット	1 回目			2 回目			3 回目		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
上	0.53	0.51	0.53	0.51	0.51	0.53	0.51	0.51	0.52
中	0.30	0.28	0.25	0.25	0.27	0.30	0.25	0.25	0.28
下	0.24	0.22	0.19	0.20	0.21	0.23	0.18	0.20	0.22

【考察】

- ① 逆相 TLC Merck 社製のプレートでは、ほぼ記載通りの値を示した。しかしながら、Whatman 社製のプレートでは、記載値の範囲内の結果は得られなかった。このように、メーカーによる差が著しく異なるため、確認試験法としては、不適格な方法であると判断した。
- ② セルロース TLC 今回の試験では、Merck 社製のプレートのみを試験したが、ほぼ記載通りの Rf 値を示した。しかしながら、公定書の確認試験とするためには、その他のメーカー品でも同じようか結果が得られなくてはならず、この点を確認する必要があると思われる。

以上

# ラック色素の TLC 分析試験（セルロース）

アイゼン保土谷株式会社

## 1 概要

ラック色素の食品添加物第 8 版公定書への検討用データ作成のため、TLC 分析試験を実施したが、今回は前回一種類しか実施出来なかった、セルロースの Merck 社製以外のメーカー製（Fluka 社製）を用いて前回と同じ条件で展開を行った。その結果、前回の Merck 社製品のものとは全く異なった結果が得られた。以下にその詳細を報告する。

## 2 TLC の分析条件

### 【使用サンプル】

サンプル	A	B	C
色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ )	1631	1468	1552

### 【展開条件】

- ① 使用 TLC プレート Fluke 社製 TLC プレート（Cellulose Fibers on TLC-Plates コード 73128）
- ② 展開剤 n ブタノール 水 酢酸 = 4 2 1
- ③ 展開条件 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を採り、エタノール 10ml を加えて溶解した液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液 2  $\mu$ l を量り、上記の展開剤で約 10 cm の高さに上昇した時点で展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧する。薄層板は、110℃で 1 時間乾燥したものをを用いた。

## 3 結果と考察

展開直後

NH<sub>3</sub>噴霧後

A B C

A B C

スポット	1 回目			2 回目			3 回目		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
上	0.40	0.38	0.38	0.38	0.37	0.38	0.37	0.38	0.39
下	0.08	0.05	0.05	0.08	0.05	0.05	0.06	0.05	0.07

- ① 前回の Merck 社製 TLC プレートの場合は、公定書案に記載の Rf 値 (0.50~0.60 及び 0.20~0.30) のスポットが認められたが、今回の Fluke 社製のプレートでは、全く異なった展開結果となり、同しセルロースでもメーカー間の性能差が非常に大きいことが確認された。
- ② 今までの試験結果より、TLC 分析では、同しタイプの TLC プレートを用いても、メーカーによる差が大きく、公定書に記載する場合は、TLC メーカーの指定は必要なものと思われる。

以上



自主規格 ラック色素確認試験 (3) 改訂の件 (WHATMAN-ODS plate)

【サンプル】

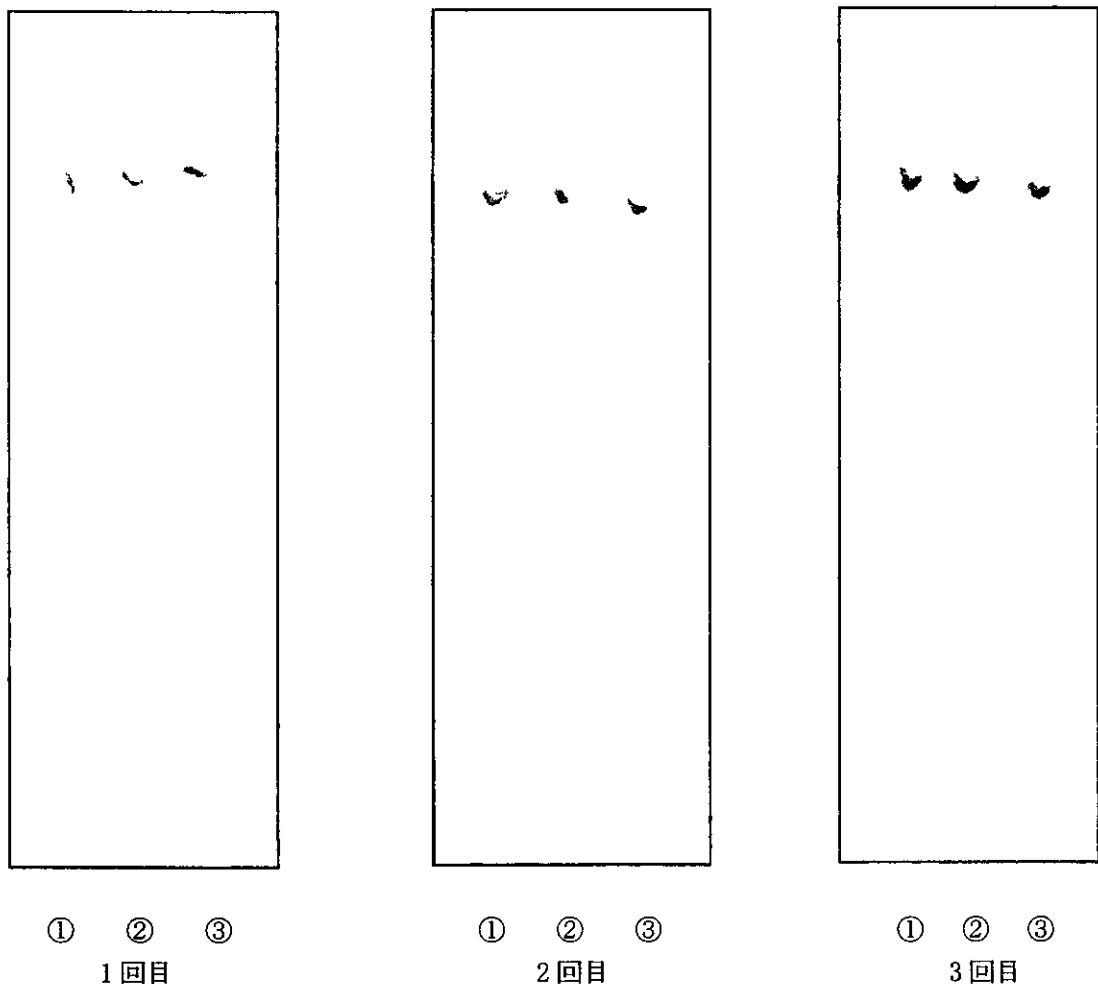
No	色価
①	1631
②	1468
③	1552

【TLC プレート】 Whatman 社

REVERSED PHASE OCTADECYLSILANE BOUNDED KC18

【方法】本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を取り、エタノール 10ml を加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液 2 $\mu$ l を量り、対照液を用いず、メタノール / 0.5M シュウ酸混液 (55/45) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、 $R_f$  値が 0.30~0.40 の範囲、 $R_f$  値が 0.55~0.65 の範囲にたいたい色のスポットを認める。また、 $R_f$  値が 0.75~0.80 の範囲にも赤紫色のスポットを認める。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫~暗紫色を呈する。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用化学結合同型オクタデシルシランを 110 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥したものを使用する。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧する。

【結果】



【Rf 値】

①			②			③			備考
Rf値	色	NH <sub>3</sub> スプレー	Rf値	色	NH <sub>3</sub> スプレー	Rf値	色	NH <sub>3</sub> スプレー	
0.68 ~ 1.00	赤紫色	赤紫色	0.66 ~ 1.00	赤紫色	赤紫色	0.64 ~ 1.00	赤紫色	赤紫色	テーリング
0.90	紫色	紫色	0.90	紫色	紫色	0.90	紫色	紫色	スポット
0.53 ~ 0.68	だいたい色	薄紫色	0.46 ~ 0.66	だいたい色	薄紫色	0.50 ~ 0.64	だいたい色	薄紫色	薄テーリング
0.44	だいたい色	赤紫色	0.44	だいたい色	赤紫色	0.44	だいたい色	赤紫色	スポット

どのサンプルでも Rf 値 0.30~0.40、0.55~0.65、0.75~0.8 に相当するスポットは確認できなかった。TLC 自体が MERCK 社の ODS プレートより薄く塗布されている感があり、一部、流れている部分もあった。

スポットは Rf 値 0.44 と 0.90 の部分に認められ、0.5 以上でテーリングが見られた。

MERCK 社の ODS プレートとは違う Rf 値を持つスポットが確認され、テーリングが多かった。Whatman 社の ODS プレートではラノク色素としての確認はできませんでした。

自主規格 ラック色素確認試験 (3) 改訂の件 (MERCK-ODS plate)

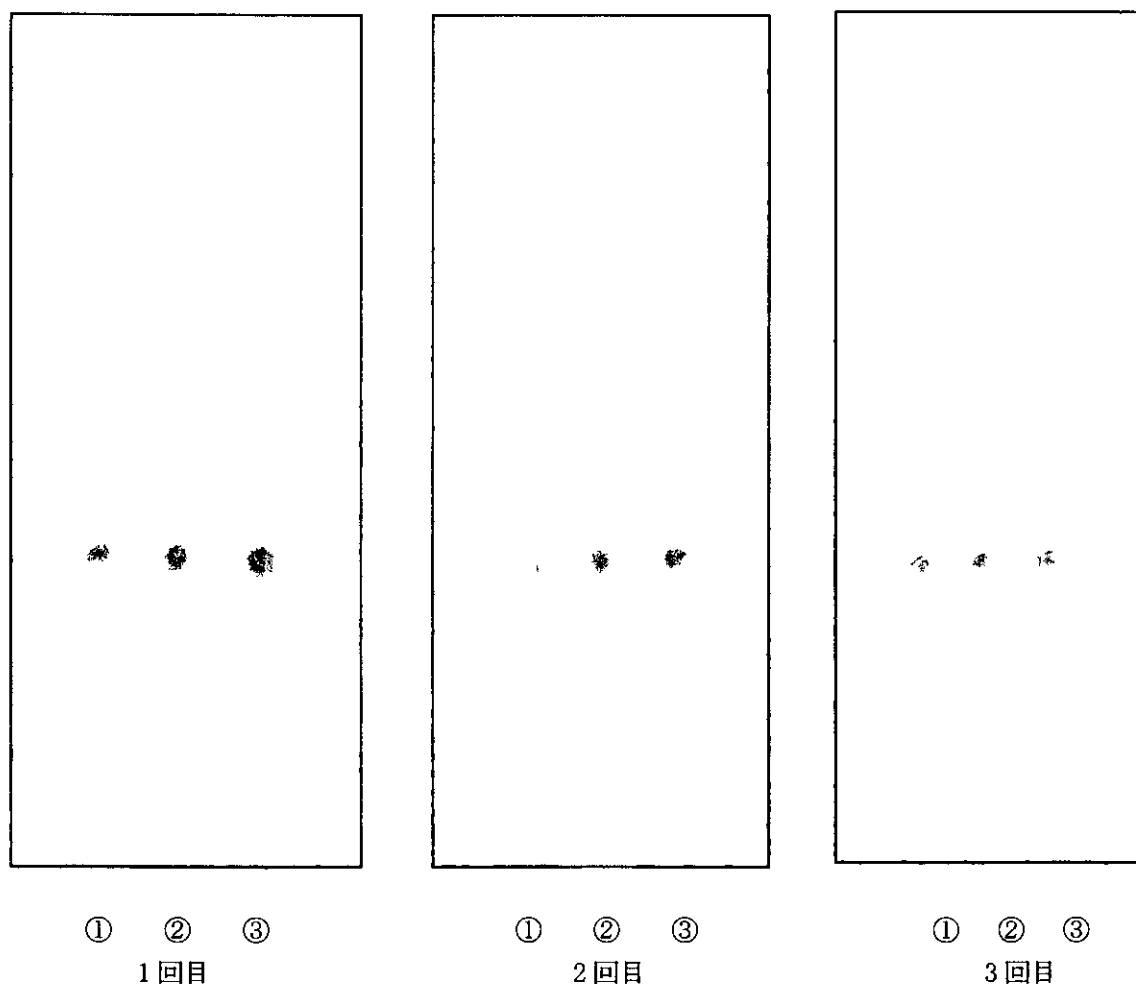
【サンプル

No	色価
①	1631
②	1468
③	1552

【TLC プレート】 Merck 社 RP-18F254S

【方法】 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を取り、エタノール 10ml を加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液 2 $\mu$ l を量り、対照液を用いず、メタノール/0.5M シュウ酸混液 (5.5 : 4.5) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、 $R_f$  値が 0.30 ~ 0.40 の範囲、 $R_f$  値が 0.55 ~ 0.65 の範囲にたいたい色のスポットを認める。また、 $R_f$  値が 0.75 ~ 0.80 の範囲にも赤紫色のスポットを認める。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫 ~ 暗紫色を呈する。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用化学結合型オクタデシルシランを 110 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥したものを使用する。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アンモニア水を噴霧する。

【結果】



【Rf 値】

①			②			③			備考
Rf値	色	NH <sub>3</sub> スプレー	Rf値	色	NH <sub>3</sub> スプレー	Rf値	色	NH <sub>3</sub> スプレー	
			0.85~1.00	赤紫色					テーリング
0.65	だいたい色	紫色	0.64	だいたい色	紫色	0.65	だいたい色	紫色	スポット
0.36	だいたい色	赤紫色	0.36	だいたい色	赤紫色	0.36	だいたい色	赤紫色	スポット
0.26	だいたい色	薄赤紫色	0.25	だいたい色	薄赤紫色	0.25	だいたい色	薄赤紫色	薄
0.15	だいたい色	薄赤紫色	0.12	だいたい色	薄赤紫色	0.10	だいたい色	薄赤紫色	薄

どのサンプルでも Rf 値 0.30~0.40、0.55~0.65 のスポットは認められた。Rf 値 0.75~0.8 に相当する部分は確認できず、一部②で、0.85~1.00 でテーリングした赤紫色部分がありました。①、③でも展開中には赤紫色の部分が上部に観察されていましたが、展開終了し、展開層から出して観察すると、②だけうっすらと赤紫色の部分が確認できました。