

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

【サンプル

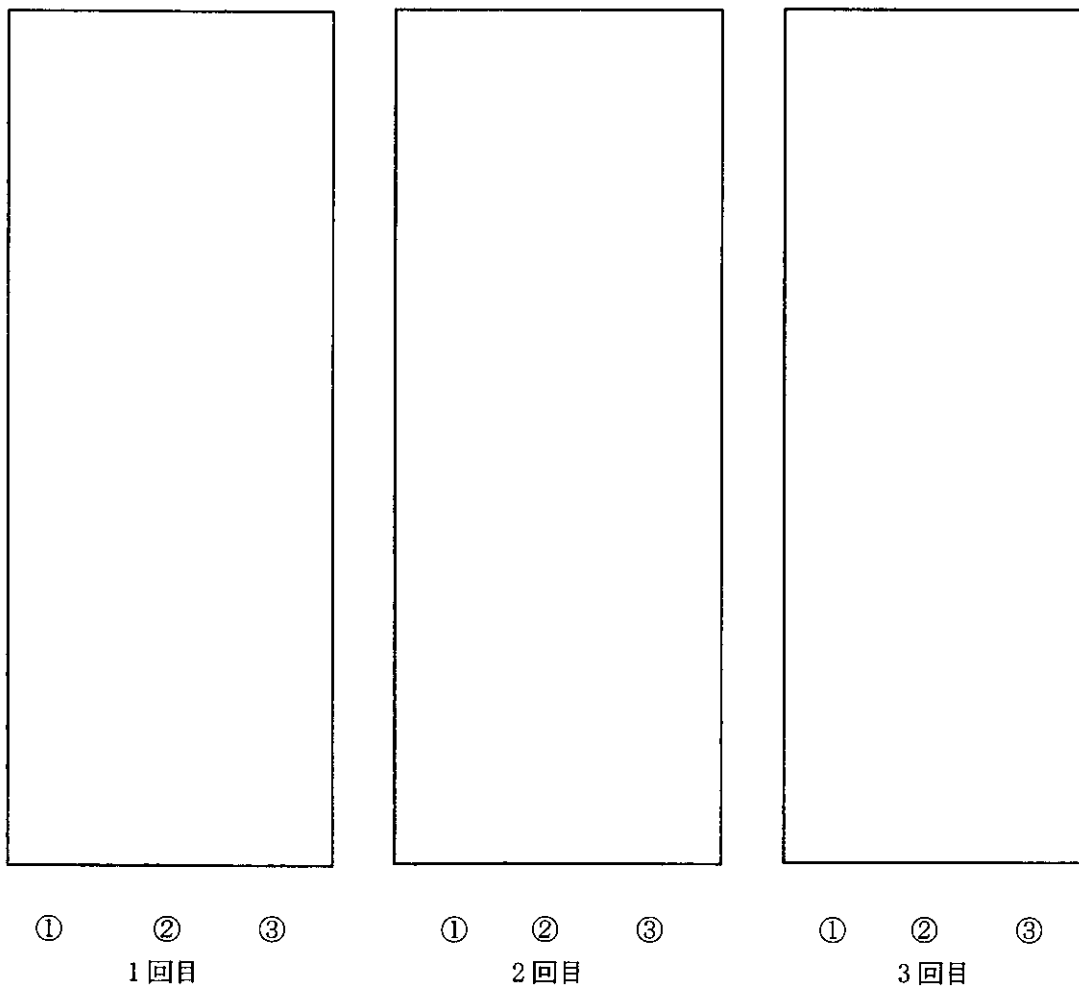
No	色価
①	1631
②	1468
③	1552

【TLCプレート】MERCK社 セルロースプレート

(結晶性セルロース 粒径2~15 μ m)

【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 μ 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とき、 R_f 値が0.50~0.60に帯黄赤~赤色のスポットを認める。 R_f 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。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。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 $^{\circ}$ 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				
Rf値			色	NH ₃ スプレー	Rf値			色	NH ₃ スプレー	Rf値			色	NH ₃ スプレー
1回目	2回目	3回目			1回目	2回目	3回目			1回目	2回目	3回目		
0.51	0.50	0.48	橙色	赤紫色	0.45	0.45	0.47	橙色	赤紫色	0.51	0.50	0.48	橙色	赤紫色
0.34	0.33	0.32	橙色	薄赤紫色	0.27	0.27	0.30	橙色	薄赤紫色	0.27	0.27	0.26	橙色	薄赤紫色
0.25	0.24	0.22	橙色	赤紫色	0.19	0.19	0.22	橙色	赤紫色	0.20	0.20	0.19	橙色	赤紫色

3回のTLCの展開に差がありRf値に差が出ていた。スポットは3つ認められ、確認試験で定義されているRf値より全体的に低い値となりました。また、展開に約45時間かかりました。

Rf値0.5~0.6、0.20~0.35ですと、少しの違いですが、一部その範囲にはいないスポットがありました。もう少し、Rf値の範囲を変える必要があると考えます。

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

【サンプル】

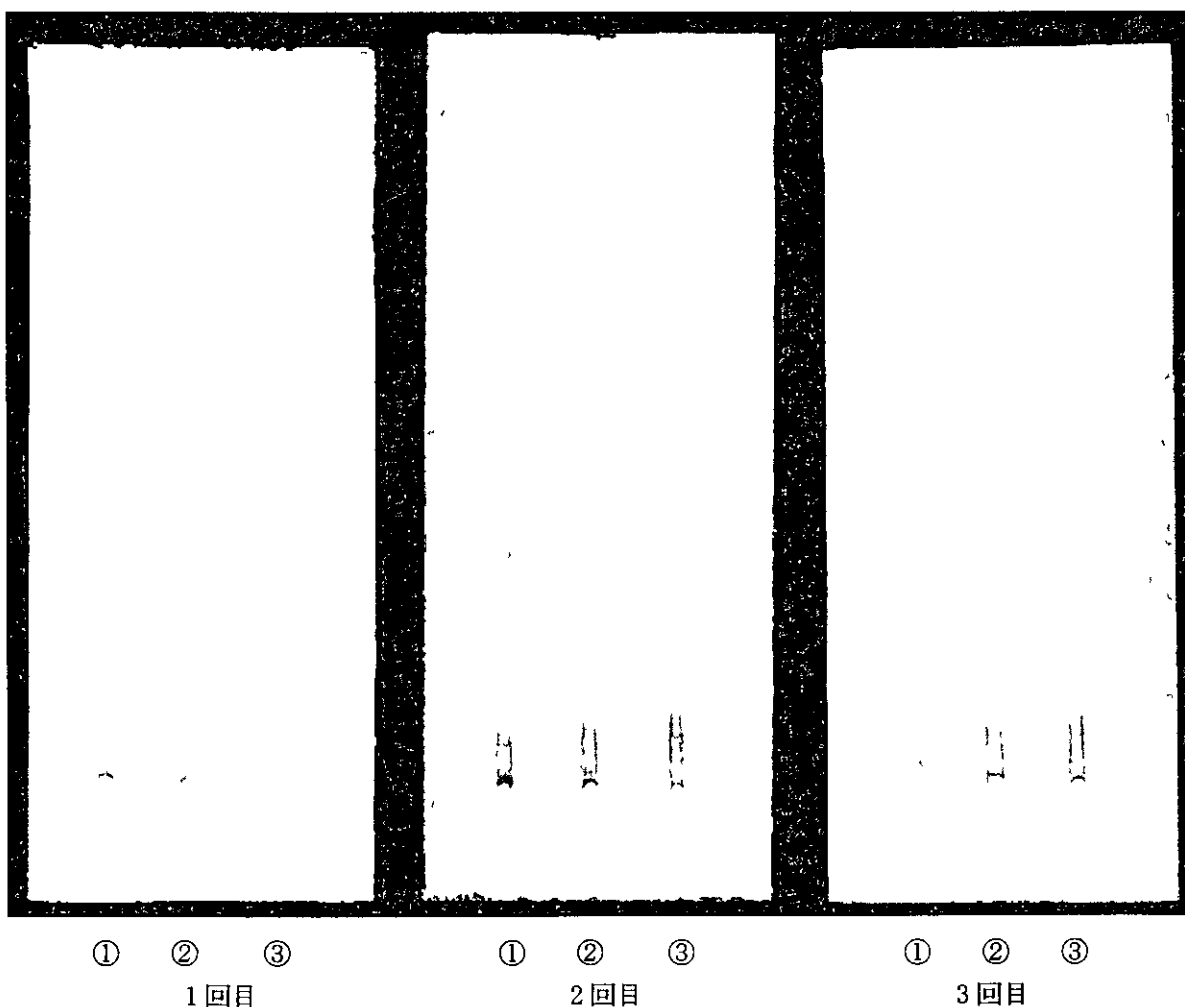
No	色価
①	1631
②	1468
③	1552

【TLCプレート】Fluka社 セルロースプレート

(Cellulose fibers on TLC-plates 0.1mm)

【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 μ 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とき、 R_f 値が 0.50~0.60 に帯黄赤~赤色のスポットを認める。 R_f 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。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。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 $^{\circ}$ 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】スプレー後



【Rf 値】

Rf値			色	NH ₃ スプレー後	備考
1回目	2回目	3回目			
0.50	0.50	0.52	薄黄色	薄だいたい色	
0.44	0.41	0.44	赤紫色	赤紫色	
0.20 ~ 0.45	0.19 ~ 0.46	0.20 ~ 0.49	赤紫色	赤紫色	テーリング
0.00 ~ 0.14	0.00 ~ 0.12	0.00 ~ 0.14	青紫色	赤紫色	テーリング

3回試験を行ったが、同様の結果が得られた。Rf 値 0.5 付近に薄いスポットが 1つ認められ、テーリング部分の Rf 値 0.19~0.49 の Rf 値 0.41~0.44 付近が比較的濃く観察された。確認試験で定義されている Rf 値より全体的に低い値となりました。

Merck 社のセルロースプレートと比べると、テーリングが大きく確認された。

ラック色素のTLC分析検討

～Whatman KC-18～

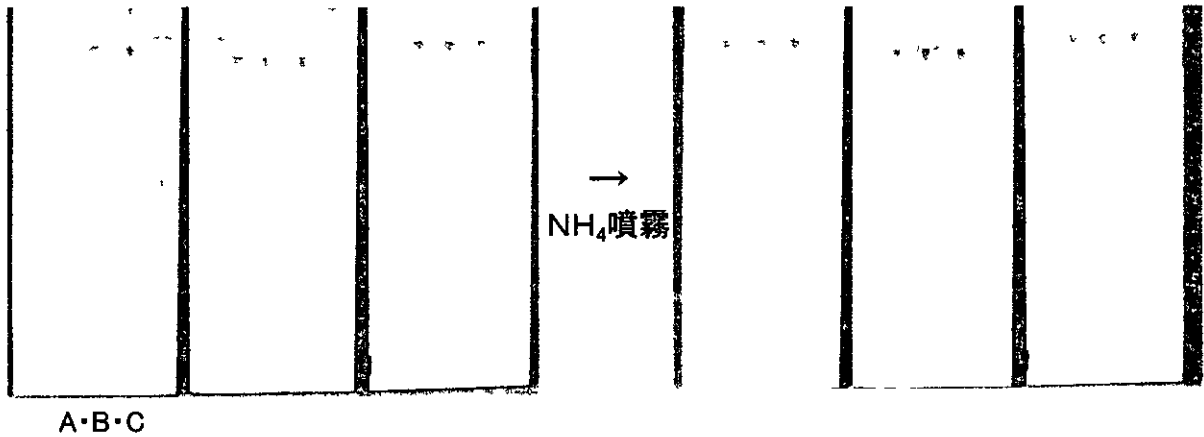
2003 12 3 キリヤ化学㈱

[色素サンプル・操作法]

天然色素三色会 ラック色素グループ依頼に準ずる
スポットは各プレートの左からA・B・C順 3回採取

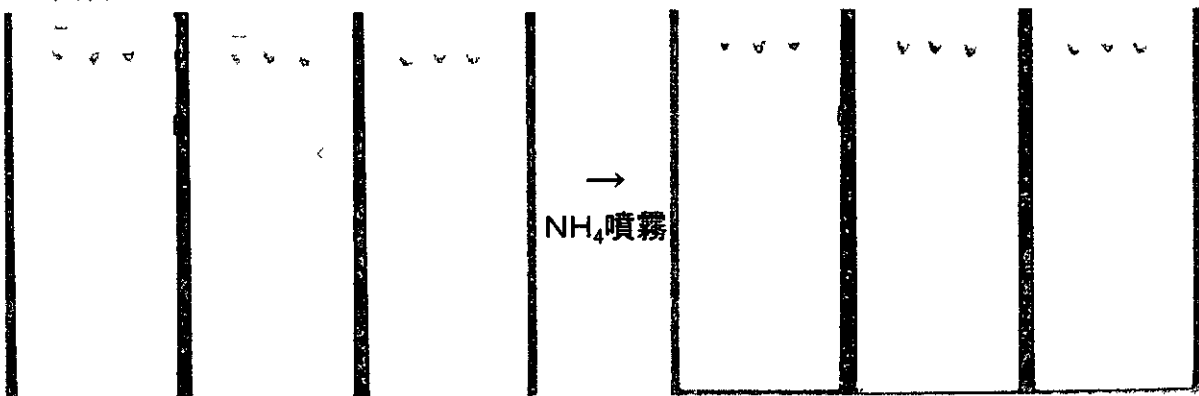
[結果]

1回目



Rf値	A		B		C	
①	047	093	047	093	047	093
②	048	094	048	094	048	094
③	047	092	047	092	047	092

2回目



Rf値	A		B		C	
①	047	092	047	093	047	092
②	047	092	047	091	047	092
③	047	091	047	092	047	091

[まとめ]

Rf値047～048に淡橙色・091～094に暗赤紫色を示すスポットが認められ、これらはアンモニア水の噴霧により淡赤紫色・赤紫色を呈する。

ラック色素のTLC分析検討

~Merck RP-18F_{254S}~

2003 12 3 キリヤ化学(株)

[色素サンプル・操作法]

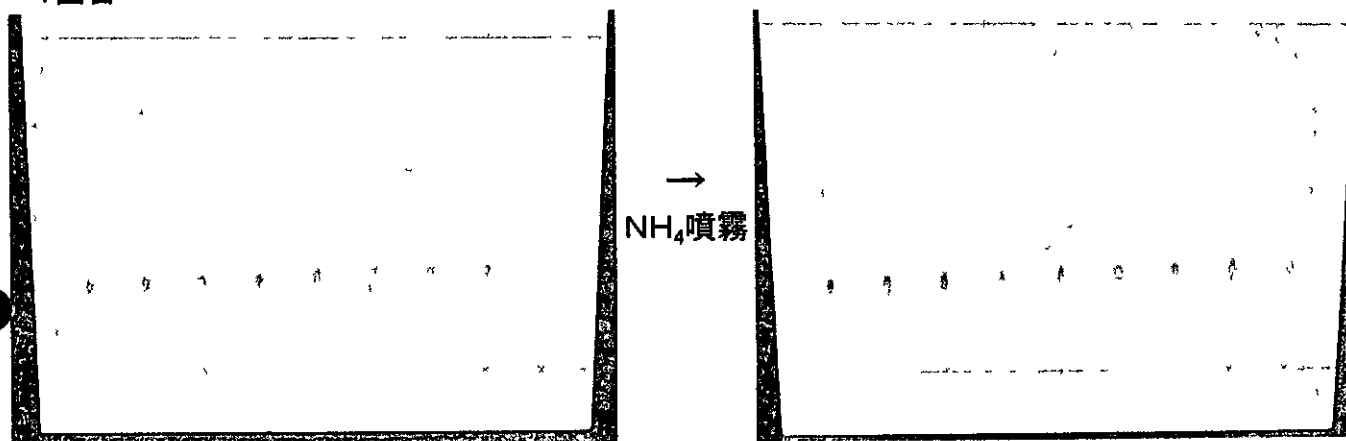
天然色素三色会 ラック色素グループ依頼に準ずる

スポットは左からA・B・Cの繰り返し

1プレートにつき3検体3回採取3スポット

[結果]

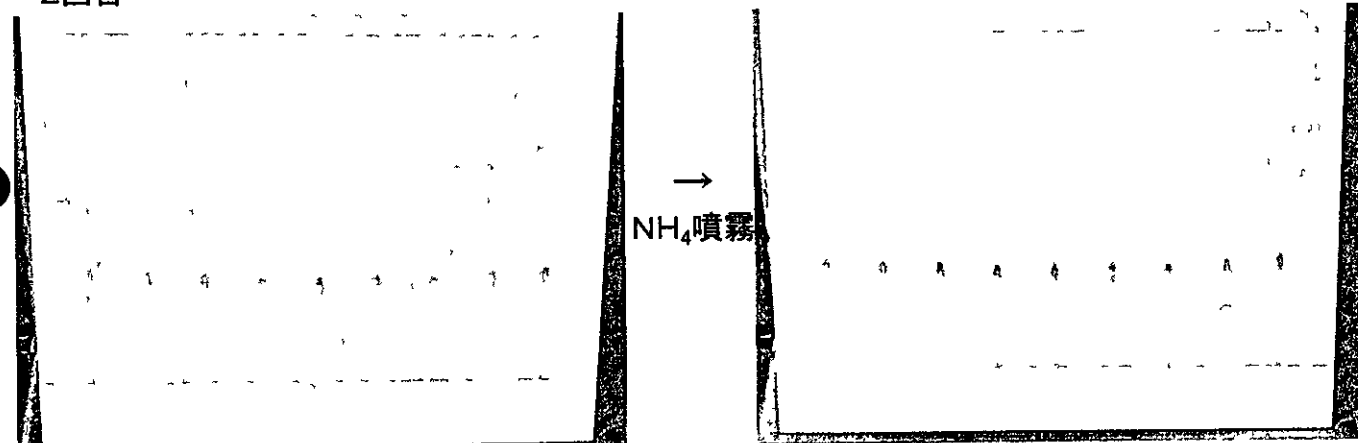
1回目



Rf値

	A			B			C		
①	0.26	0.52	0.81	0.27	0.52	0.81	0.27	0.54	0.81
②	0.28	0.52	0.82	0.28	0.56	0.80	0.29	0.58	0.81
③	0.29	0.60	0.81	0.29	0.61	0.80	0.30	0.61	0.79

2回目



Rf値

	A			B			C		
①	0.32	0.63	0.84	0.31	0.61	0.86	0.31	0.60	0.86
②	0.30	0.60	0.87	0.30	0.59	0.86	0.30	0.58	0.86
③	0.30	0.58	0.86	0.31	0.60	0.85	0.32	0.60	0.84

[まとめ]

Rf値0.26~0.32・0.52~0.63に橙色を、0.79~0.86に赤紫色を示すスポットが認められ、これらはアンモニア水の噴霧により暗赤紫色を呈する。

ラック色素のTLC分析検討

～Merck 5716(セルロース)～

2003 12 3 キリヤ化学㈱

[色素サンプル・操作法]

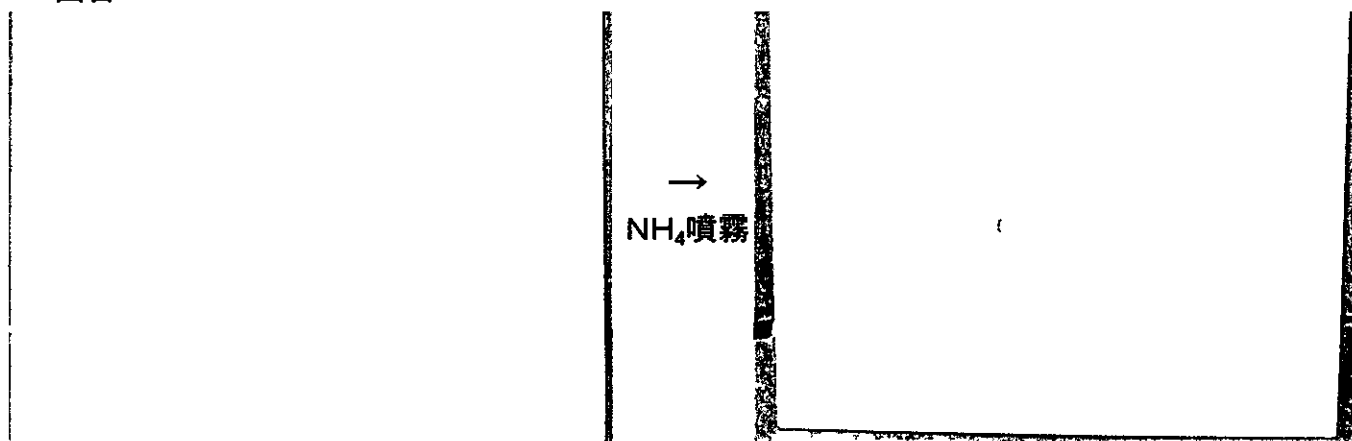
天然色素三色会 ラック色素グループ依頼に準ずる

スポットは左からA・B・Cの繰り返し

1プレートにつき3検体3回採取3スポット

[結果]

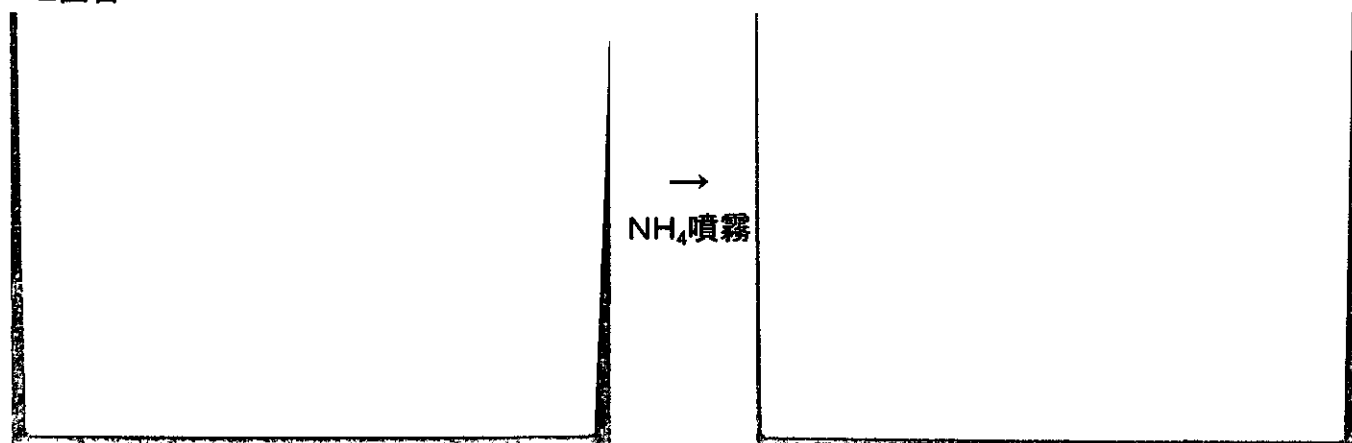
1回目



Rf値

	A			B			C		
①	0.13	0.19	0.38	0.14	0.18	0.42	0.15	0.20	0.43
②	0.15	0.20	0.43	0.15	0.20	0.45	0.16	0.21	0.46
③	0.17	0.22	0.45	0.16	0.22	0.46	0.17	0.23	0.48

2回目



Rf値

	A			B			C		
①	0.17	0.22	0.45	0.16	0.21	0.46	0.16	0.21	0.45
②	0.17	0.21	0.44	0.15	0.20	0.47	0.16	0.22	0.47
③	0.17	0.23	0.48	0.19	0.25	0.49	0.22	0.27	0.51

[まとめ]

Rf値0.13～0.27の範囲に2個のスポットが、また0.38～0.51に1個のスポットが認められ、共に帯黄赤色を示す。これらはアンモニア水の噴霧により暗赤紫色を呈する。

ラック色素のTLC分析検討 ～ Fluka(セルロース) ～

2004 1 13キリヤ化学(株)

[色素サンプル・操作法]

天然色素三色会 ラック色素グループ依頼に準ずる

スポットは左からA・B・C

1プレートにつき3検体3回採取3スポット

(ただし、Aについてはサンプル不足のため1回採取3スポットで行った。)

[結果]

○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○

↓ NH₄噴霧

○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○

[まとめ]

スポットは暗赤紫色を呈し、アンモニア水の噴霧による色の変化はほぼ見られない。
また全てが原点からのテーリングであった。

自主規格 ラック色素確認試験(3) TLC分析

【供試サンプル】

サンプル名	色価
A	1631
B	1468
C	1552

【薄層板】

<逆相>

Merck RP-18F_{254S}

Whatman KC-18

<Cellulose>

Merck Cellulose (5716)

【方法】

<逆相>

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 μ 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の範囲にだ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℃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。

<Cellulose>

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 μ 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とき、 R_f 値が0.50~0.60に帯黄赤~赤色のスポットを認める。 R_f 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。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。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。

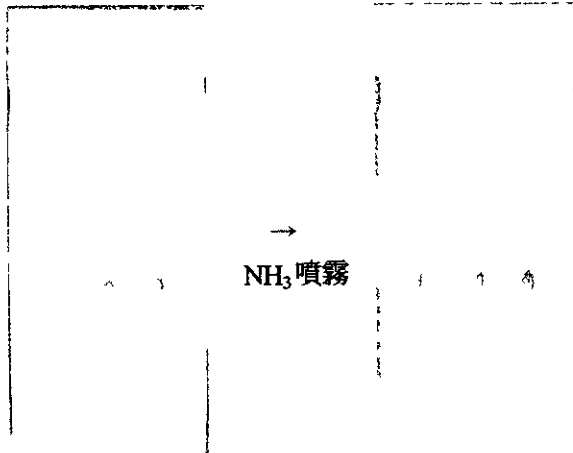
×プレートは活性化処理後すぐにデシケーターに移し放冷、保存。

×展開槽にはろ紙を入れ、溶媒を入れてから60分以上おいて槽内を飽和状態にしてからプレートを入れた。

【結果】 ×写真内の並びは全て、A B Cの順。

<逆相>

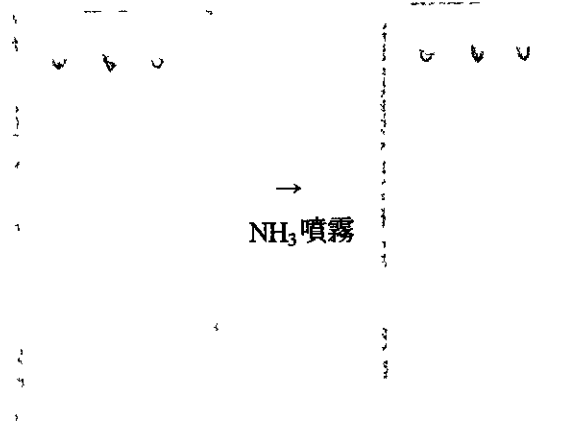
○Merck RP-18F_{2S4S}



スポット	1回目			2回目			3回目		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
上	0.76	0.77	0.77	0.76	0.77	0.78	0.75	0.77	0.78
中	0.62	0.63	0.64	0.61	0.63	0.64	0.59	0.62	0.63
下	0.35	0.34	0.34	0.34	0.34	0.35	0.34	0.34	0.35

全スポットが方法記載の範囲内に存在した。また、スポットは全て方法記載とおりに上からそれぞれ赤紫・たいだい・だいだいの色を呈し、NH₃噴霧により暗赤紫～暗紫色を呈した。

○Whatman KC-18

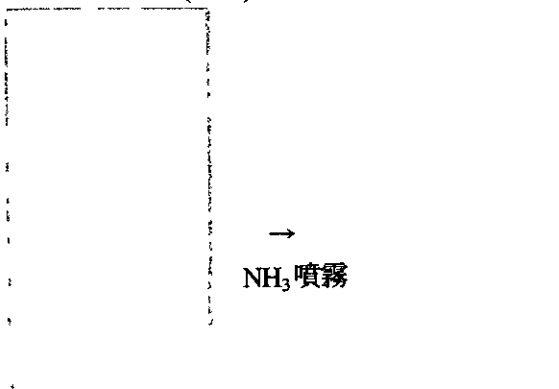


スポット	1回目			2回目			3回目		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
上	0.90	0.91	0.90	0.91	0.92	0.91	0.89	0.89	0.89
下	0.49	0.48	0.49	0.48	0.49	0.48	0.49	0.49	0.49

スポットは方法記載の範囲内に存在しなかった。上のスポットは赤褐色、下のスポットはごく薄く、だいたい色を呈し、NH₃噴霧によりそれぞれ紫みを帯びた褐色および暗赤紫色を呈した。

<Cellulose>

○Merck Cellulose (5716)



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	0.54	0.55	0.56	0.56	0.56	0.56	0.54	0.54
中	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.29	0.29	0.29	0.29
下	0.24	0.24	0.24	0.23	0.23	0.23	0.22	0.22	0.23

全スポットが方法記載の範囲内に存在した。また、スポットは全て黄赤色（たいだい色）を呈し、NH₃噴霧により暗赤紫色を呈した。

2003年12月10日
(株) タイショーテクノス

自主規格 ラック色素TLC分析検討

1 供試サンプル、プレート

サンプル	A	色価	1631
	B	色価	1468
	C	色価	1552

プレート	Merck RP-18F254S	3枚
	Whatman KC-18	7枚
	Merck 5716 (セムス)	3枚

2 試験方法

(1) 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 μ 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、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。

(2) セルロースの場合

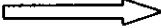
本品の表示量から、色価1,000に換算して0.1gに相当する量を取り、エタノール10mlを加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液2 μ lを量り、対照液を用いず、n-ブタノール/水/酢酸混液(4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、Rf値が0.50~0.60に帯黄赤~赤色のスポットを認める。Rf値が0.20~0.35の範囲にも2個の帯黄赤~赤色のスポットを認める。これらのスポットはアンモニア水により暗赤紫色を呈する。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用セルロースを110℃で1時間乾燥したものを使用する。展開溶媒の先端が原線より約10cm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。

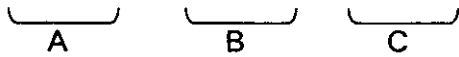
3 試験結果

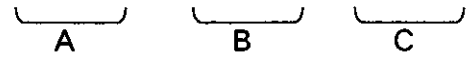
(1) 逆相TLC

Merck RP-18F254S

A			B			C		
①	②	③	①	②	③	①	②	③
0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90
0.77	0.77	0.77	0.77	0.77	0.77	0.77	0.77	0.76
0.60	0.60	0.59	0.59	0.59	0.60	0.60	0.59	0.60
0.34	0.33	0.33	0.33	0.33	0.34	0.34	0.33	0.34

NH₃噴霧


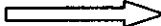


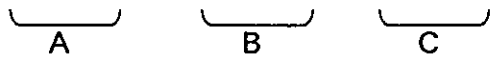


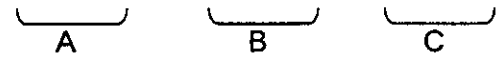
※0.90付近に4つ目のスポットが出現しました。
 スポットはテーリングぎみでした。

Whatman KC-18

A			B			C		
①	②	③	①	②	③	①	②	③
0.87	0.89	0.88	0.88	0.88	0.88	0.85	0.87	0.86

NH₃噴霧






(2) セルロース

Merck 5716

A			B			C		
①	②	③	①	②	③	①	②	③
053	051	051	051	050	051	052	052	053
019	018	018	017	017	017	018	018	021

NH₃噴霧
→

⊂ A ⊂ B ⊂ C ⊂ A ⊂ B ⊂ C

※下のスポットが0.20~0.35に入らなかった。

以 上

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 μ 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°C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 μ 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°C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 ₃ 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	紫	紫
	中	0.57	0.58	0.57	0.56	0.56	0.55	0.57	0.57	0.58	0.57	橙	紫
	下	0.27	0.30	0.30	0.28	0.28	0.28	0.29	0.29	0.30	0.29	橙	紫
②	上	0.91	0.92	0.93	0.91	0.92	0.91	0.89	0.89	0.92	0.91	紫	紫
	中	0.55	0.54	0.52	0.54	0.52	0.53	0.53	0.53	0.47	0.53	橙	紫
	下	0.46	0.44	0.44	0.45	0.43	0.43	0.45	0.45	0.55	0.46	橙	紫

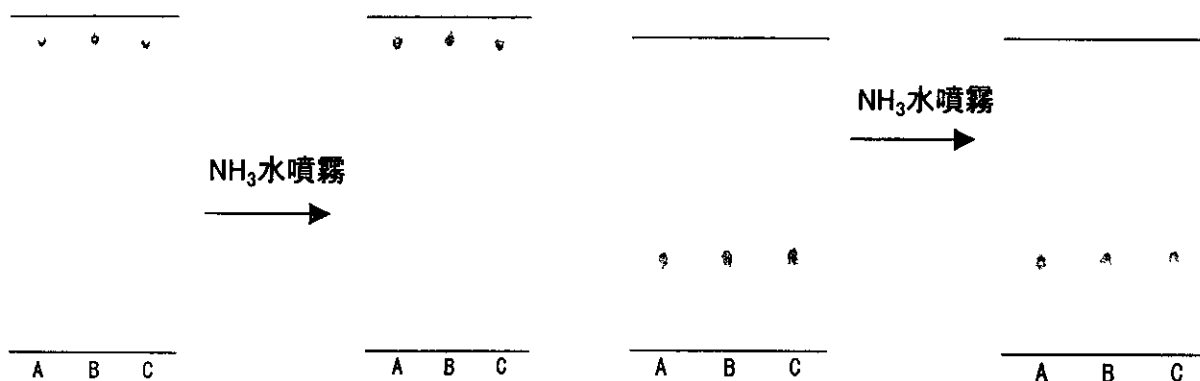
2) セルロース 展開溶媒 *n*-ブタノール/水/酢酸 (4/2/1)

薄層板	スポット	Rf値										NH ₃ 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	橙	紫
	中	0.25	0.24	0.22	0.24	0.24	0.25	0.26	0.25	0.25	0.24	橙	紫
	下	0.20	0.19	0.18	0.19	0.19	0.20	0.21	0.20	0.21	0.20	橙	紫

1) 逆相 展開溶媒 メタノール/0.5Mシュウ酸 (55:45)

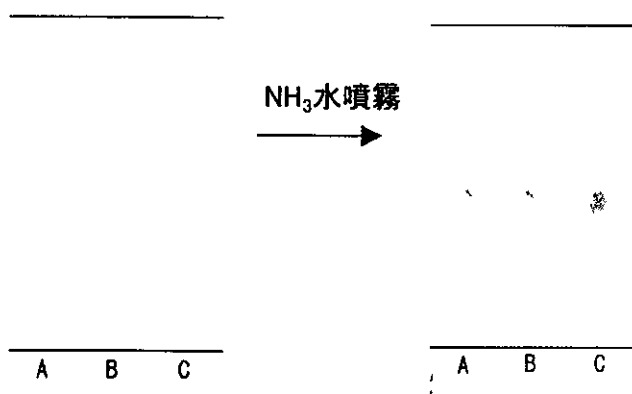
①Merck RP-18F254S

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



平成16年1月7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

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を加えて溶かした後、遠心分離して得られた上澄液を検液とした。

検液2 μ 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(Fluka Cellulose Fibers on TLC-plates)は、110 $^{\circ}$ C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

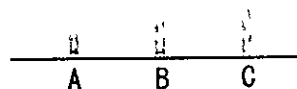
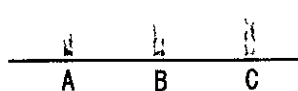
ラック色素

	色価
LOT A	1,631
LOT B	1,468
LOT C	1,552

3. 結果

スポット	Rf値							色調	
	1回目			2回目			ave	NH ₃ 噴霧	
	LOT A	LOT B	LOT C	LOT A	LOT B	LOT C		前	後
上	0.52	0.52	0.52	0.51	0.51	0.51	0.52	黄	橙
中	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	赤紫	赤紫
下	0.05	0.06	0.07	0.07	0.10	0.12	0.08	紫	紫

NH₃水噴霧



自主規格 ラック色素確認試験

【試供サンプル】

Lot	色価
サンプルA	1631
サンプルB	1468
サンプルC	1552

1 逆相 TLC

【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み液を検液とした。検液 2 μ 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った。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した。展開溶媒の先端が原先より 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。

【使用した薄層板】

RP-18F254S (MERCK)

REVERSED PHASE OCTADECYLSILANE BOUNDED KC18 (Whatman)

【結果 Rf 値】

RP-18F254S (MERCK)

サンプルA			サンプルB			サンプルC		
①	②	③	①	②	③	①	②	③
(0.94)	(0.96)	(0.96)	(0.93)	(0.97)	(0.96)	(0.95)	(0.96)	(0.96)
0.80	0.79	0.79	0.79	0.8	0.79	0.79	0.80	0.79
0.58	0.58	0.61	0.59	0.58	0.61	0.58	0.57	0.60
0.30	0.28	0.31	0.3	0.29	0.31	0.30	0.29	0.31

REVERSED PHASE OCTADECYLSILANE BOUNDED KC18 (Whatman)

サンプルA			サンプルB			サンプルC		
①	②	③	①	②	③	①	②	③
0.93	0.90	0.90	0.93	0.90	0.90	0.92	0.91	0.90

RP-18F_{254S} (MERCK)を用い、当社でクロマトグラフィーを行った結果、Rf 値が 0.28～0.30 の範囲、Rf 値が 0.57～0.59 の範囲にだいたいの色のスポットを認めた。また Rf 値が 0.79～0.80 の範囲に紫色のスポットを認めた。これらのスポットは、アンモニア水の噴霧により暗赤紫色を呈した。尚、これらのスポット以外にも Rf 値 0.93～0.97 の範囲に薄い紫色のスポットを認めた。

また、REVERSED PHASE OCTADECYLSILANE BOUNDED KC18 (Whatman) を用い、当社でクロマトグラフィーを行なった結果、Rf 値 0.90～0.93 の範囲に紫色のスポットを一つのみ認めた。この両者の結果は、同一担体で有りながら、Rf 値は相当異なる結果となった。

2 セルロース TLC

【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み液を検液とした。検液 2 μ 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。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 時間加熱したものを使用した。展開溶媒の先端が原先より 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。

【使用した薄層板】

セルロース (MERCK)

【結果 Rf 値】

サンプルA			サンプルB			サンプルC		
①	②	③	①	②	③	①	②	③
0.51	0.48	0.51	0.50	0.47	0.48	0.49	0.47	0.49
0.28	0.26	0.28	0.26	0.26	0.27	0.26	0.27	0.28
0.20	0.19	0.20	0.20	0.19	0.19	0.20	0.19	0.21

【結果 2】

セルロース (MERCK)を用い、当社でクロマトグラフィーを行った結果 Rf 値が 0.47～0.51 の範囲にだいたいの色のスポットを認めた。Rf 値が 0.19～0.28 の範囲にもだいたいの色の 2 つのスポットを認めた。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫色を呈した。