8種の薄層クロマトグラフ用色素標準品について

辻 滑子[#]・古川みづき・中野真希・外海泰秀

Studies on Eight Color Reference Standards for Thin-layer Chromatography

Sumiko Tsuji[#], Mizuki Furukawa, Maki Nakano and Yasuhide Tonogai

Eight color NIHS reference standards were studied on IR spectra and thin-layer chromatography (TLC). Their IR spectra and TLCs were determined. They were also authorized as reference standards for TLC.

Key Words: color reference standard, thin layer chromatography, IR

化粧品など医薬品部外品に用いるタール色素 1) の確認試験として薄層クロマトグラフ (TLC)を用いる方法が省令改正案で提示された 2,3). そのTLC 用標準品としては多くは国立医薬品食品衛生研究所色素標準品を用いることが規定している。一方,アマランス (C.I. 16185, CAS No. 915・ $67\cdot3$), オイルイエローAB (イエローAB; C.I. 11380, CAS No. 85・ $84\cdot7$), オイルイエローOB (イエローOB, C.I. 11390, CAS No. 131・ $79\cdot3$), オイルレッド XO (C.I. 12140, CAS No. 3118・ $97\cdot6$), トルイジンレッド (C.I. 12120, CAS No. 2425・ $85\cdot6$), パーマネントオレンジ (C.I. 12075, CAS No. 3468・ $63\cdot1$), ハンサイエロー (C.I. 11680, CAS No. 2512・ $29\cdot0$), ポ

ンソーSX(C.I. 14700, CAS No. 4548·53·2)の8種の色素標準品は、定量値のみ添付資料に明記されているが、それらのIR スペクトル及びTLC については報告されていない、そこで、今回、それらのIR スペクトル及びTLCを測定したので報告する。

実験方法

1. 試薬及び溶媒

アマランス標準品,イエローAB標準品,イエローOB標準品,オイルレッドXO標準品,トルイジンレッド標準品,パーマネントオレンジ標準品,ハンサイエロー標準品,ポンソーSX標準品は国立医薬品食品衛生研

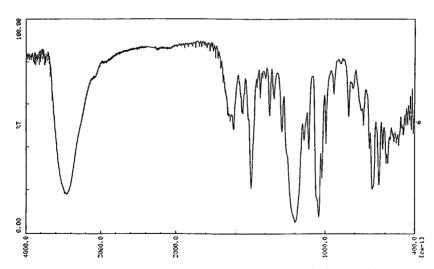


Fig.1 IR spectrum of Amaranth NIHS Reference Standard (KBr Tablet)

*To whom correspondence should be addressed: Sumiko Tsuji; 1-18-1, Kamiyoga, Setagaya-ku, Tokyo, 158-8501, Japan; Tel: 03-3700-1141; Fax: 03-3707-6950; E-mail: tsuji@nihs.go.jp 究所標準品を用いた、その他の試薬及び溶媒はJIS試薬特級品を用いた、

2.TLC

試料の試験溶液2 mlについて,各展開溶媒で,Merck

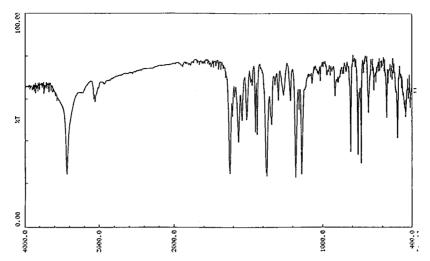
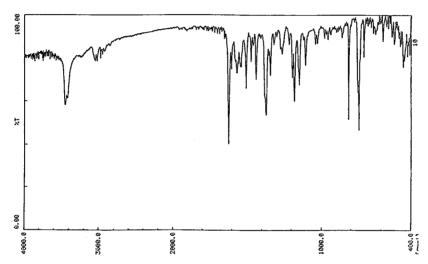


Fig.2 IR spectrum of Oil Yellow AB NIHS Reference Standard (KBr Tablet)



 $Fig. 3 \quad IR \; spectrum \; of \; Oil \; Yellow \; OB \; NIHS \; Reference \; Standard \; (KBr \; Tablet)$

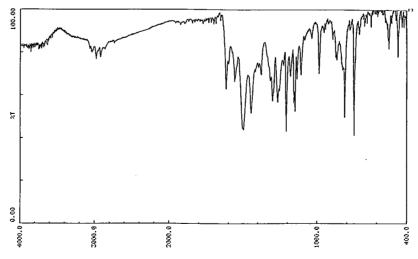


Fig.4 IR spectrum of Oil Red XO (KBr Tablet)

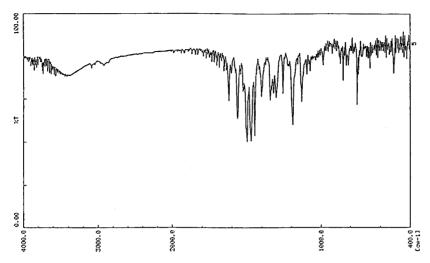


Fig.5 IR spectrum of Toluidine Red NIHS Reference Standard (KBr Tablet)

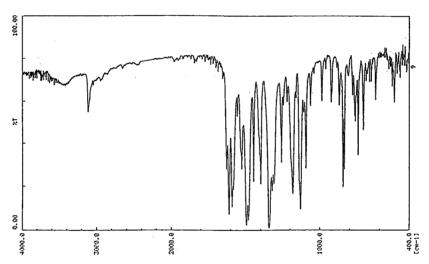


Fig.6 IR spectrum of Permanent Orange NIHS Reference Standard (KBr Tablet)

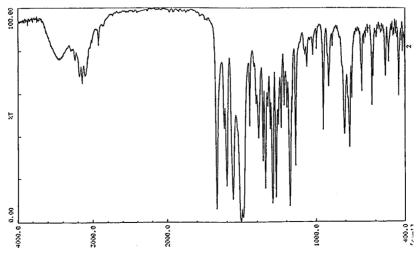


Fig.7 IR spectrum of Hanza Yellow NIHS Reference Standard (KBr Tablet)

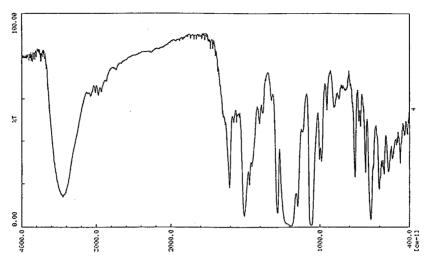


Fig.8 IR spectrum of Ponceau SX NIHS Reference Standard (KBr Tablet)

製シリカゲル薄層板 (Merck 1.05724; Silica gel 60 , ガラス製 $1.8 \times 100 \times 200 \text{ mm}$) Merck 製シリカゲル薄層版 (ガラス製 $50 \times 200 \text{ mm}$) を用いてTLCを行った.TLC 条件については,試料の希釈溶媒及び濃度を () に,展開溶媒はその後に示したものを用いた.

アマランス(水,0.1%): 1·ブタノール,エタノール(95%)及び酢酸(3 100)の混液(6:2:3);イエローAB及びイエローOB(クロロホルム,0.1%):3·メチル·1·ブタノール,アセトン,酢酸及び水の混液(4/1/1/1);オイルレッドXO(クロロホルム,0.1%):クロロホルム,トルエン及び石油エーテルの混液(3/2/1);トルイジンレッド(クロロホルム,0.1%),クロロホルム及び1·ブタノールの混液(16/1);パーマネントオレンジ(トルエン,0.025%):クロロホルム,トルエン及び石油エーテルの混液(3/2/1);ハンサイエロー(クロロホルム,0.1%):クロロホルム;ポンソーSX(クロロホルム,0.1%):1·ブタノール,エタノール(95%)及び酢酸(3 100)の混液(6/2/3).

3. 赤外吸収 (IR) スペクトル測定

日本分光㈱製赤外分光光度計 FT·IR 装置 JASCO FT·IR VALOR· を用いて, KBr(錠剤)法で試料のIRスペクトルを測定した.

結果及び考察

1.IR

8種の色素標準品のIRスペクトルをKBr(錠剤)法で 測定し, Fig.1 ~ Fig.8 に示した. 各色素標準品の特異的 指紋領域を示すIRスペクトルを示した.

2.TLC

8種の色素標準品のTLCをFig.9に示した.各色素標準品はいずれも単一のスポットを得たので,薄層用クロ

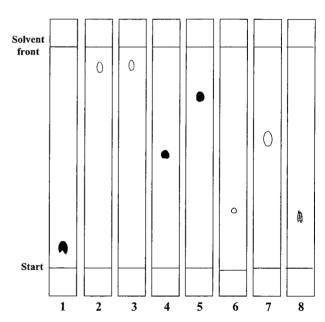


Fig.9 Thin-layer chromatograms of eight standards

Plate 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 and 8 were spotted with 2ml of each test solution on silica gel plate, respectively. The TLC conditions (name of NIHS Reference Standard; concentration of test solution; dissolved solvents; development solvent system) are as follows:

- 1: Amaranth; water; 0.1%; a mixture of 1-buthanol, ethanol(95%) and acetic acid (3 $\,$ 100) (6/2/3).
- 2: Oil Yellow AB; chloroform; 0.1%; a mixture of $\,$ 3-methyl-1-buthanol, acetone acetic acid and water (4/1/1/1).
- 3: Oil Yellow OB; chloroform; 0.1%; a mixture of 3-methyl-1-buthanol, acetone acetic acid and water(4/1/1/1).
- 4: Oil Red XO; chloroform; 0.1%; a mixture of chloroform, toluene and petroleum ether(3/2/1).
- 5: Toluidine Red; chloroform; 0.1%; a mixture of chloroform and 1-buthanol(16/1).
- 6: Permanent Orange; toluene; 0.025%; a mixture of chloroform, toluene and petroleum ether (3/2/1).
- 7: Hanza Yellow; chloroform; 0.1%; chloroform.
- 8: Ponceau SX; chloroform; 0.1%; a mixture of 1-buthanol, ethanol(95%) and acetic acid (3 100) (6/2/3).

マトグラフ用標準品としても使用可能であることが明らかになった.

対 献

- 1) 医薬品等に使用することができるタール色素を定め る省令:厚生省令第30号(昭和41年8月31日),改 正:厚生省令第127号(平成12年10月20日)
- 2) Color Technical Committee of Japan Cosmetic Industry Association: *Technical Report of Japan Cosmetic Industry Association*, 101-122 (1993)
- "Hotei Shikiso Hand Book", eds.,by Japan Cosmetic Industry Association, Yakuji Nippo Lim., Tokyo, pp. 1-3, 76-78, 109-111, 194-196, 197-199, 212-214, 221-226 (1988)