



基礎技術研修「 β -カロテンの単離と同定」

実験教育支援センター兼中央試験所
長谷 純崇



研修制度

基礎技術研修制度	内容	・技術職員として必要な基礎技術・基礎知識を習得 ・機械系、電気・電子系、情報・管理系、化学・生命系の各4分野における幅広い基礎技術
	対象	配属されてから3年以内の技術系職員（3年以内にすべて受講する）
一般技術研修制度	内容	・各技術職員が保有する専門技術以外の職務上必要とされる周辺技術・知識の習得 ・機械系、電気・電子系、情報・管理系、化学・生命系の各4分野における幅広い基幹技術
	対象	技術系職員
専門技術研修制度	内容	・技術職員が職務上必要とされる高度な専門技術を習得
	対象	技術系職員
その他の研修制度	内容	学習会、講習会、講演会、見学会、個人研修

実施概要



実施日時: 2015年9月15日 12:45~16:15

場所: 化学／応用化学系共通実験室(34-410)

参加者: 近藤、寺田、小向、斉田、吉田、青木、茂木、須賀、西井

講師: 桑山

実験補助: 花田、千葉

実施内容: ほうれん草からの β -カロテンの抽出

実験装置と器具、試薬と材料



装置

ロータリーエバポレーター、紫外可視分光高度計、分析天秤

器具等

乳鉢／乳棒、ビーカー、ガラス棒、ロート、脱脂綿、ナス型フラスコ、フラスコレシーブ、コック付きカラム、クランプ、竹ひご、試験管、試験管立て、三角フラスコ、パスツール、スポイトゴム、TLC板、TLC展開槽、TLC用毛细管、分光測定用石英セル、メスシリンダー、洗瓶

試薬

ヘキサン、アセトン、無水硫酸ナトリウム、シリカゲル、海砂、標品試料用β-カロテン

材料

ほうれん草3～4枚

研修当日の様子①



ほうれん草3～4枚を脱水



乳鉢で破碎



アセトンによる色素抽出



濾過



濃縮(ロータリーエバポレーター)



単離と精製(カラムクロマトグラフィー)



確認①(薄層クロマトグラフィー)



確認②(吸収スペクトル測定)



メスシリンダーでアセトンを測り取る



色素(緑色)を抽出

器具: 乳鉢、乳棒、メスシリンダー、ガラス棒、ビーカー
試薬: アセトン、無水硫酸ナトリウム

研修当日の様子②



ほうれん草3～4枚を脱水



乳鉢で破碎



アセトンによる色素抽出



濾過



濃縮(ロータリーエバポレーター)



単離と精製(カラムクロマトグラフィー)



確認①(薄層クロマトグラフィー)



確認②(吸収スペクトル測定)



カラムにチャージするため、アセトン溶媒中の色素を濃縮

器具: ナス型フラスコ

機器: ロータリーエバポレーター

研修当日の様子③



ほうれん草3～4枚を脱水



乳鉢で破碎



アセトンによる色素抽出



濾過



濃縮(ロータリーエバポレーター)



単離と精製(カラムクロマトグラフィー)



確認①(薄層クロマトグラフィー)



確認②(吸収スペクトル測定)



シリカゲルの計量



カラムによる色素の分離①



分離の結果



カラムによる色素の分離②

器具等: コック付きカラム、ビーカー、ガラス棒、パスツールピペット、脱脂綿、試験管、スポイトゴム、クランプ、竹ひご、試験管立て、三角フラスコ
試薬: ヘキサン、アセトン、シリカゲル、海砂

研修当日の様子④



ほうれん草3～4枚を脱水



乳鉢で破碎



アセトンによる色素抽出



濾過



濃縮(ロータリーエバポレーター)



単離と精製(カラムクロマトグラフィー)



確認①(薄層クロマトグラフィー)



確認②(吸収スペクトル測定)



展開溶媒のヘキサンを注ぐ



薄層クロマトグラフィーのセットアップ

器具: TLC板、展開槽、毛細管
試薬: ヘキサン

実験結果



ほうれん草3~4枚を脱水



乳鉢で破碎



アセトンによる色素抽出



濾過



濃縮(ロータリーエバポレーター)



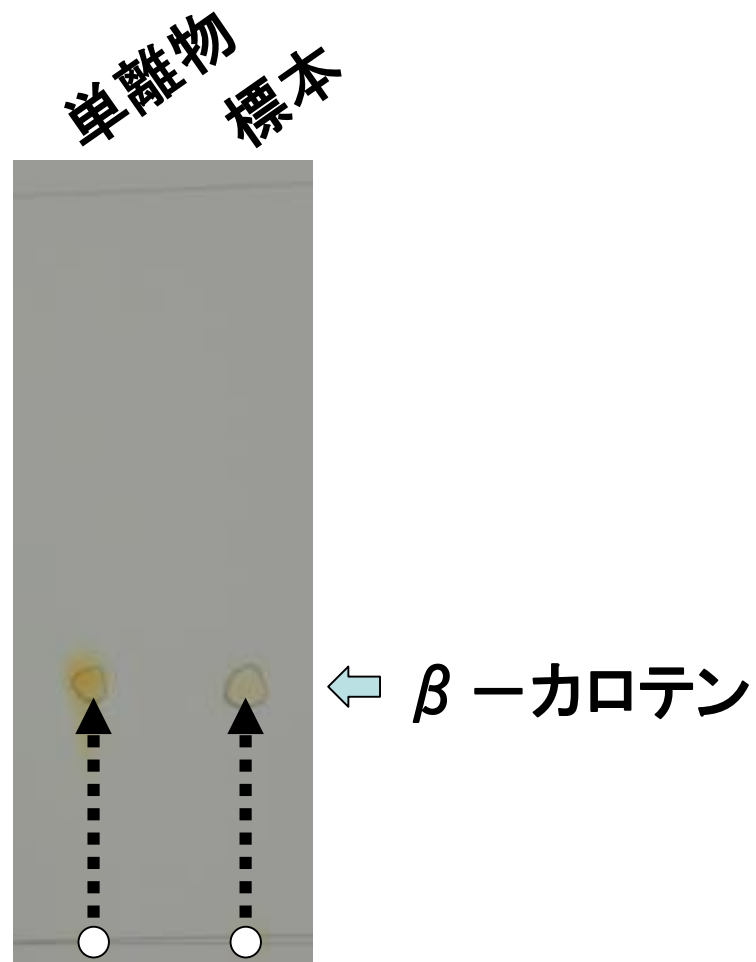
単離と精製(カラムクロマトグラフィー)



確認①(薄層クロマトグラフィー)



確認②(吸収スペクトル測定)



研修の成果①



- ほうれん草に含まれる各成分に対するシリカゲルの吸着力の違いにより、各成分がカラムを通過する速度に差が生じる。その差を利用して各成分を分離できることを学んだ。(寺田)
- コック付きカラムに薬品をたらす時は壁面に沿わせて静かに入れる(西井)
- 廃液の処理の仕方(西井)
- 有機化合物の分離および同定について、その概念と方法を学びました。また、応用化学・化学・生命情報担当の業務内容について理解を深めることができました(茂木)
- 身近な食材であるほうれん草から β -カロテンを単離する方法を習得した。今回の基礎技術研修では、普段行われている学生実験を用いて単離する実験方法を学びましたがとても分かりやすかった。今回使用したクロマトグラフィーは、固定された物質と、その間を移動する物質との間におかれた溶質の物理的あるいは化学的挙動の差異を利用して分離を行う方法であり、分離および精製の手段として非常に有効であることを理解した。また、カラムクロマトグラフィーは、クロマトグラフ法として最初に用いられた方法であり、比較的大量の試料を分離するのに適していることについて理解した。(吉田)

研修の成果②



- 紫外・可視領域におけるスペクトルの分子吸収は、分子の電子構造によって決まるので、吸収の強さは波長によって異なって得られた吸収スペクトルは物質に特有のものとなり、それを利用し、分析をしているということが理解できました。(青木)
- クロマトグラフィーについて興味がありましたので、実際に実験を行うことができ、非常に勉強になりました。カラムクロマトグラフィーも薄層クロマトグラフィーもとても分かりやすく、良く理解ができたと思います。(青木)
- 毛細管現象を利用した実験を始めて体験したことが貴重な経験となりました。(小向)
- ほうれん草を題材として抽出液からカラムクロマトグラフィー、薄層クロマトグラフィーより分離を行い、紫外・可視分光光度計の結果から β カロテンを確認する事ができた。(須賀)
- 薄層クロマトグラフィーを用いた分離・同定の原理(近藤)

研修の感想①



- ・ カラムに溶媒を滴下する際に少し大雑把に操作をしてしまった結果、分離が均一にできなかったことが悔しかった。手順どおりにやったつもりでも化学実験がうまく行かない事が多々あることを改めて認識する良い機会となった。(寺田)
- ・ 当たり前のことですが、最初にホウレン草をすりつぶして薬品につけて、といった手順を正しく踏まないと、想定した結果が得られないことに化学の大変さを感じた(後からの手直しが効かない)(西井)
- ・ 化学の実験は高校生の時以来で久しぶりだったので、次は何が起こるのか、というワクワクがあって楽しめたガラス製のスポイトが使い捨てであることに驚いた(西井)
- ・ 普段扱うことのない器具や装置について、その概念(それが何のために存在して、何ができるのか)を学ぶことができたのはとても有益でした。(茂木)
- ・ 普段使用しない器具に関しては、ガラスものが多く乱雑に扱うと破損するのではないかとドキドキした。また、薬品の取り扱いについて、人体に悪影響を及ぼすものかどうなのかそればかり気になった。単離・精製につきましては、かき混ぜる加減や、混合溶媒をチャージするタイミングなどの個人のさじ加減をようする作業につきまして、非常にセンスがないことを痛感した！(吉田)

研修の感想②



- 一つ一つの作業の意味を教えていただいたので、大変理解しやすい講習内容となっていました。(小向)
- ほうれん草に β カロテンが含まれることはよく聞いていたが、実際に目視で確認することができて面白かった。更に思っていたより鮮やかな色をしていたことが印象的だった。(須賀)
- 他分野の研修なので、知らないことを知るよい機会となりました。指示された内容をするだけになっている部分が多かったと感じたので少し内容を噛み砕いてなにをしているのかを説明しながら実験を進めてもらえると知識の蓄積につながるのではないかと感じました。(近藤)
- 普段触れることのない機器を使用して、実験をすることができ良い経験となりました。薬品の微妙な量の違いで反応が変わり、化学系実験の難しさも体験でき、有意義なものとなりました。(齊田)