

化学实验操作法

続編 (I)

薬学博士 緒方 章
薬学博士 野崎 泰 共編

化学実験操作法

続編 (I)

薬学博士 緒方 章 編
薬学博士 野崎 泰彦

東京 南江堂 京都

©



化学実験操作法 続編 (I)

定価 850 円

昭和32年12月5日 第1版発行

編 著 緒 方 章

AKIRA OGATA

野 崎 泰 彦

YASUHIKO NOZAKI

発 行 者 小 立 正 彦

発 行 所 日東紙工株式会社印刷部

発 行 所 株式会社 南 江 堂

本 店 東京都文京区春木町3丁目23番地
電話小石川(92)7234(代)・振替口座東京149

支 店 京都市中京区寺町通御池南
電話上(3)2030・振替口座京都5060

落丁や乱丁などの場合にはおとりかえいたします



Printed in Japan

執 筆 者 (ABC 順)

安 藤 銳 郎

(東京大学理工学研究所)

佐 竹 一 夫

(東京都立大学理学部)

小 林 茂 三 郎

(東京医科歯科大学歯学部)

吉 野 諭 吉

(東京大学教養学部)

古 賀 正 三

(東京大学応用微生物研究所)

山 崎 誠

(東京大学教養学部)

まえがき

“化学実験操作法”の読者から、その内容について、いろいろの要求を頂戴している。その内で最も多い要求は新しく物理化学的に、化合物を探究する操作法をのせることと、価額を安くしてもらいたいの二項目であつた。“化学実験操作法”は、そのまえ書きに書いた通り、あくまでも、化学実験の手ほどきを、目的としている。これに物理化学操作法を追加することは、本来の目的にそわない上に、本の価格をますます高くして、読者の要望に反することになる。そこで、私は読者の要求に心して、現在の“化学実験操作法”から物理化学操作に関連のある透析やクロマトグラフィーなどの章をはずし、それらに他の物理化学的操作を加えた別の本を書く計画をたてた。それがこの“化学実験操作法続編”である。今後必要に応じて、続編の数を加えてゆくつもりである。そうなると、到底私一人で、それを書くことは、困難となり、間違を起す原因にもなると思い、各項目について、実地に装置や操作に、毎日経験を積まれている方々に参加執筆を乞い、われわれがその原稿に目を通し、また校正の仕事にも加わり、全編を統一した体形のものとなし完成に心掛けた。共著者近藤竜を亡つた今日、そのあとは東大に於て長く私の助手であり、現在厚生省衛生試験所部長である薬学博士野崎泰彦君に、継承してもらうこととした。

昭和 32 年 11 月

緒 方 章

目 次

透析・電気透析	山崎 誠・安藤鋭郎	1
透 析		1
透析膜のつくり方とその性質		2
動物性の膜と、その作り方		3
非動物性膜と、その作り方		3
透析膜の試験法と修理の仕方		12
透析膜の取り付け方		12
装置及び透析の仕方		13
各種の装置と考案		15
実施上の注意		25
透析の応用例		27
電 気 透 析		29
透析膜の選択		29
電 極		31
装置と実施の仕方		31
Pauli 型の電気透析器		32
Brintzinger 型の電気透析器		35
その他の考案		38
実施上の注意		38
電気透析の応用例		40
電気泳動と組合せた分別、精製、濃縮		40
イオン交換	吉野 諭吉	45
イオン交換樹脂の性質		45
イオン交換樹脂とはどんなものか		45
イオン交換樹脂の種類		47
イオン交換膜		58
各種イオン交換樹脂の一般的性質		59
イオン交換平衡とイオンの選択的吸着性		62
イオンの吸着性に影響をおよぼす諸条件		65
イオン交換の基本操作		68
樹脂の破碎およびふるい分け		68
バッチ法とカラム法		69
カラムの作り方		70
カラムの種類と使うときの注意		71

樹脂の前処理, 再生, 洗浄	73
樹脂の乾燥の仕方	74
交換容量の測定法	76
適定曲線の作製法	77
選択係数と分布係数の測定法	79
イオン交換クロマトグラフィー	82
イオン交換樹脂の利用法	86
塩の転換による塩濃度の測定と試薬の調製	88
濃縮, 抽出, 回収	93
妨害イオンの除去と精製	96
分離 (同性イオン相互間の)	103
クロマトグラフィー 佐竹一夫	123
まえがき	123
ペーパー・クロマトグラフィー	128
クロマトグラフ系の選定	132
溶紙	132
溶媒	136
試料のつくり方とそのつけ方	141
展開	144
スポットの検出法	147
R_f	152
その他	154
単離を目的としたペーパー・クロマトグラフィー	159
ペーパー・クロマトグラフィーの分離定量	162
液体クロマトグラフィー	163
吸着剤	164
展開溶媒	175
吸着管とその付属装置	180
吸着剤のつめかた	184
試料液の添加と展開	185
分離液のわけとり	187
その他の方法	198
カラム・クロマトグラフィー	202
定性分析用カラム・クロマトグラフィー	203
単離を目的とするカラム・クロマトグラフィー	207
無色物質バンドの見分けかた	210
Chromato-bar	212

汚紙電気泳動 小林茂三郎... 215

電気泳動法とは何か	215
実験装置.....	216
実験装置材料.....	223
実験準備.....	226
実験の仕方.....	228
染色法による定量法	233
色素と蛋白質の結合の問題	234
定量の仕方の実際	234
易動度の測定仕方	239
連続汚紙電気泳動法	244
高電圧汚紙電気泳動法	250
澱粉などを支持体とする電気泳動法	253
参 考 書.....	256

弱電技術..... 古賀正三... 257

メータ類の使い方	257
メータにはどんな種類があるか.....	257
電流・電圧の測り方とテスターの使い方.....	264
真空管類の使い方	270
真空管の構造と機能.....	270
増巾回路のあらまし.....	275
光 電 管.....	277
光電池と光電子増倍管.....	281
ブラウン管とブラウン管オシログラフ.....	282
回路部品の取扱い	285
回路部品の選び方.....	285
配線と工作の常識	292
工 作 と 配 線.....	292
配線図面の読み方と書き方.....	296
絶縁、遮蔽およびハム退治法.....	300
真空管回路に必要な電源	304
電 源 回 路.....	304
参 考 書.....	310

透 析 ・ 電 気 透 析

安 藤 銳 郎

山 崎 誠

目 次

透 析	2
透析膜のつくり方とその性質	2
動物性の膜と、その作り方	3
非動物性膜と、その作り方	3
コロジオン膜	3
コロジオン平面膜, その他のコロジオン膜, コロジオン膜の性質に 影響を与える各種の要因	
セロファン膜	6
アセチルセルローズ膜	7
蛋白質膜	8
ホルマリン・ゼラチン膜, クロム・ゼラチン膜, 蛋白質の吸着膜	
Permselective membrane	9
(A) 酸性コロジオン膜 (i) 酸化コロジオン膜, (ii) ポリスチレンスルホン酸-コロジオン膜	
(B) 塩基性膜 (i) プロタミン-コロジオン膜, (ii) セロファン陽性膜	
その他の膜	11
鉱物質の膜, ポリビニルアルコール膜	
透析膜の試験法と修理の仕方	12
試 験 法	12
簡単な試験の仕方・コロイド色素による試験の仕方	
膜 の 修 理	12
装置及び透析の仕方	13
透析の機能をたかめる要因	13
最も簡単な装置	15
Soxhlet 型連続式透析器	16
Taylor の循環透析器	18
大量の試料の透析	19
Gutbier, Huber 及び Schieber の透析器	
Filter Press 型の透析器	20
Jordis の透析器	
各種の装置と考案	15
Zsigmondy の星型透析器	16
振り混ぜ透析器	17
Neidle の熱透析	19

連 続 透 析.....	23	微 量 透 析.....	24
Gilbert と Swallow の 考 案.....	24		
実 施 上 の 注 意.....	25		
透 析 時 間.....	25	温 度, 防 腐.....	25
透 析 による 変 性.....	25	膜 と の 相 互 作 用.....	26
透 析 を 終 了 した 内 液 の 濃 縮.....	26		
限 外 滲 過 ・ 凍 結 滲 過 ・ Pervaporation ・ 逆 透 析			
透 析 の 応 用 例.....	27		
コ ロ イ ド 溶 液 の 精 製.....	27	グ ロ ブ リ ン 類 蛋 白 質 の 分 割.....	27
環 境 の 調 節.....	27	分 別 透 析.....	27
電 気 透 析	29		
透 析 膜 の 選 択.....	29		
電 極.....	31		
装 置 と 実 施 の 仕 方	31		
Pauli 型 の 電 気 透 析 器.....	32		
Pauli の 電 気 透 析 器.....	32	De Bruyn の Troelstra の 電 気 透 析 器.....	32
佐々木の電気透析装置.....	32	Bartill の 簡 易 型	33
Fig.15, 16の装置の電気透析への応用.....	34		
Brintzinger 型 の 電 気 透 析 器.....	35		
Brintzinger の 電 気 透 析 器.....	35	Tóth の 微 量 用 電 気 透 析 器.....	36
Baer の 少 量 電 用 電 気 透 析 器.....	36		
そ の 他 の 考 案.....	38		
Bernhart, Arnow, Bratton の 考 案.....	38	最 も 簡 単 な 装 置.....	38
実 施 上 の 注 意.....	38		
前 操 作.....	39	直 流 電 源.....	39
透 析 中 の pH 変 化	39	電 気 分 解 産 物 の 処 理.....	39
イオン交換樹脂による電極室 pHの調節.....	39		
電 気 透 析 の 応 用 例.....	40		
蛋 白 質, 多 糖 類 の 調 製.....	40		
電 気 泳 動 と 組 合 せ た 分 別, 精 製, 濃 縮.....	40		
Ionophoresis を 利 用 し た ア ミ ノ 酸, ペ プ チ ド 類 の 分 別	41		
電 気 泳 動 現 象 と 組 合 せ た コ ロ イ ド の 分 別 精 製, 濃 縮.....	42		
(i) Stationary electrolysis ・ (ii) Electrodecantation			

イオン交換

吉野 論 吉

目 次

イオン交換樹脂の性質	45
イオン交換樹脂とはどんなものか	45
イオン交換樹脂の種類	47
i) 強酸型陽イオン交換樹脂	50
a. スチレン系強酸性樹脂 b. フェノールスルホン酸系陽イオン交換樹脂	
ii) 強塩基型陰イオン交換樹脂 (強塩基性樹脂)	53
iii) 弱酸型陽イオン交換樹脂	54
iv) 弱塩基型陰イオン交換樹脂 (弱塩基性樹脂)	55
v) 特殊なイオン交換樹脂	56
a. キレート樹脂 b. 両性イオン交換樹脂 c. 酸化還元樹脂	
イオン交換膜	58
各種イオン交換樹脂の一般的性質	59
イオン交換平衡とイオンの選択的吸着性	62
イオンの吸着性に影響をおよぼす諸条件	65
i) 錯イオン, 有機イオンなどの吸着性	66
ii) 樹脂の架橋度による影響	66
iii) 濃度および溶媒の影響	67
イオン交換の基本操作	68
樹脂の破碎およびふるい分け	68
パッチ法とカラム法	69
カラムの作り方	70
カラムの種類と使うときの注意	71
樹脂の前処理, 再生, 洗浄	73
樹脂の乾燥の仕方	74
交換容量の測定法	76
i) 強酸型陽イオン交換樹脂	76
a. パッチ法 b. カラム法	
ii) 強塩基型陰イオン交換樹脂	77
滴定曲線の作製法	77
選択係数と分布係数の測定法	79
i) パッチ法	79
ii) カラム法	81

イオン交換クロマトグラフィー	82
イオン交換樹脂の利用法	86
塩の転換による塩濃度の測定と試薬の調製	88
i) 総塩濃度の測定法	88
実験例 1. 硫酸銅溶液の濃度決定	
実験例 2. 硫酸アンモニウムと硝酸アンモニウムの混合物の分析	
ii) 塩の転換による試薬の調製	91
実験例 3. 炭酸塩を含める水酸化ナトリウム標準溶液の調製	
濃縮, 抽出, 回収	93
i) 濃縮による分析試料の調製	93
ii) 抽出と回収	96
妨害イオンの除去と精製	96
i) 無機分析における妨害イオンの除去	96
a. 陽イオン交換樹脂の利用	
b. 陰イオン交換樹脂の利用	
実験例 4. カリウムの鉄からの分離定量	
ii) 脱イオンおよび脱色による有機物の精製	100
実験例 5. セラチン溶液の脱塩	
iii) 水の精製	101
分 離	103
i) イオンの選択的吸着性の差異を利用する分離法	104
a. イオン価の異なる同符号イオンの分離	
実験例 6. NH_4^+ , Mg^{2+} , Fe^{3+} の分離	
b. 同じイオン価の同符号イオンの分離	
実験例 7. ハロゲンイオンの分離	
ii) 電離度およびイオンの両性の性質を利用する分離法	108
a. 電離度の差異を利用する分離法	
b. 両性の性質を利用する分離法	
iii) 錯形成剤を使用する分離法	109
a. 有機酸類を錯形成剤として使用する分離法	
b. 無機物質, 特に塩酸を錯形成剤として使用する分離法	
実験例 8. Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} の陰イオン交換分離	

クロマトグラフィー

佐 竹 一 夫

目 次

ま え が き	123
吸着型クロマトグラフィー	127
分配型クロマトグラフィー	127
イオン交換型クロマトグラフィー	128
塩析型クロマトグラフィー	128
ペーパー・クロマトグラフィー	128
実験例 1. ビクリン酸とフラビアン酸との分離	
実験例 2. グルコースとラムノースとの分離	
実験例 3. セラチンの構成アミノ酸の分析	
クロマトグラフ系の選定	132
濾 紙	132
溶 媒	136
試料のつくり方とそのつけ方	141
展 開	144
スポットの検出法	147
R_f	152
そ の 他	154
i) 試料を誘導体に変えてペーパークロマトグラフィーを行う仕方	154
ii) 円形クロマトグラフィー (Circular paper chromatography)	155
iii) Chromato-disk	156
実験例 4. 脂質の分離定性	156
iv) Chromato-strip	157
実験例 5. クロマト・ストリップを用いる有機過酸化物の定性	158
v) 濾紙電気泳動との組合わせ	158
単離を目的としたペーパー・クロマトグラフィー	159
1. mg 程度の単離法	159
2. 10mg 以上の単離法	161
ペーパー・クロマトグラフィーによる分離定量	162
1. スポットの面積より定量する仕方	162
2. スポットの呈色度より定量する仕方	162
3. 濾紙より抽出して定量する仕方	163

液体クロマトグラフィー	163
吸着剤	164
i) 吸着型クロマトグラフィーの吸着剤.....	164
ii) 分配型クロマトグラフィーの吸着剤.....	169
(担体の種類) 硅藻土・シリカゲル・繊維素・澱粉	
(固定相の保持の仕方) A. 水を固定相とする場合 B. 有機物を固定相とする場合	
iii) イオン交換型クロマトグラフィーの吸着剤.....	172
展開溶媒	175
i) 吸着型クロマトグラフィーの例.....	175
ii) 分配型クロマトグラフィーの例.....	177
iii) イオン交換型クロマトグラフィーの例.....	179
吸着管とその付属装置	180
吸着剤の詰めかた	184
試料液の添加と展開	185
溶離液のわけとり	187
i) Automatic fraction collector.....	188
1. 滴数計測式 2. 自動ビュレット型 3. サイフォン型 4. 時間制御型	
ii) Step wise elution	189
実験例 6. アミノ酸の分離定量	
実験例 7. ステロイド・アルコールの3,5-ジニトロ安息香酸エステルとの分離定量	
実験例 8. DNP-ペプチドの分離	
実験例 9. アセチル・アミノ酸の分離定量	
実験例10. キナルジン-N-オキシドのニトロ化反応物の分離	
実験例11. ヌタレオチドの分離	
iii) Gradient elution.....	192
実験例12. 有機酸の分離定量	
実験例13. ヌタレオチドの分離定量	
実験例14. オリゴ糖の分離定量	
iv) Displacement analysis.....	198
実験例15. 卵アルブミン加水分解物よりアミノ酸の分離、調製	
実験例16. テトラロムCの調製	
実験例17. 脂肪酸の分離定量	
実験例18. 糖類の displacement analysis	
v) Carrier displacement analysis	197
実験例19. 脂肪酸の分離定量	
その他の方法	198
i) 無色物質のクロマトグラフィー.....	198
ii) 誘導体にかえておこなうクロマトグラフィー.....	199
iii) ガス・クロマトグラフィー.....	201
実験例20. ガソリン炭化水素の分離定量	

実験例21. エチレン中の不純物の分析	
実験例22. 脂肪酸の分離定量	
カラム・クロマトグラフィー	202
定性分析用カラム・クロマトグラフィー	203
実験例23. ぶどう酒の識別	
実験例24. 植物色素の定性	
実験例25. テトクロム c のイオン交換クロマトグラフィー	
実験例26. 貝がらの色素の定性	
単離を目的とするカラム・クロマトグラフィー	207
i) 装 置	207
ii) バンドの分けとり	208
iii) 溶 出	209
無色物質バンドの見分けかた	210
実験例27. 2,4-ジニトロフェニル (DNP) ペプチドの分離定量	
実験例28. クロロフィル a と b の分離	
実験例29. 褐藻よりフコキサンチンの単離	
Chromato-bar	212
i) Chromato bar のつくり方	212
ii) 試料のつけたかた	213
iii) 展 開	213
iv) 各成分の単離	214
実験例27. テルペン類の分離	
実験例28. 無機イオンの分離	

滌紙電気泳動

小林茂三郎

目 次

電気泳動法とは何か	215
実 験 装 置	216
ガラス板法	216
懸 垂 法	218
水 平 法	219
整 流 器	222
実験装置材料	223
滌 紙	224
緩 衝 液	225
電 極	225
試 料	226
試料を付けるピペット	226
実 験 準 備	226
滌 紙	226
緩衝液室と電極	227
電 極	227
実 験 仕 方	228
水平法の実験仕方	228
i) 滌紙の張り方	228
ii) 試料の付け方	230
iii) 電気泳動のさせ方	231
ガラス板法による実験仕方	231
i) ガラス板と滌紙	232
ii) 実 験 仕 方	232
懸垂法による実験仕方	232
i) 装置についての注意	232
ii) 実 験 仕 方	232
呈 色 法	232
染色による定量の仕方	233
蛋白質の定量に用いられる色素	233
染 色 の 仕 方	234
1. Amidoschwarz 10B	234

2. Bromphenol blue.....	234
3. Azokarlinin B	234
色素と蛋白質の結合の問題	234
定量の仕方の実際	236
抽出による仕方.....	236
直接定量の仕方.....	237
易動度の測定の仕方	239
Tiselius 型電気泳動装置による易動度の測定	239
濾紙電気泳動法による易動度の測定.....	240
濾紙上の易動度に影響するその他の因子.....	243
等電点の測定の仕方.....	244
連続濾紙電気泳動法	244
血清蛋白質の連続泳動.....	248
アミノ酸ペプチドの連続泳動.....	249
高電圧濾紙電気泳動法	250
実験装置と実験の仕方.....	251
実 験 材 料.....	251
実 験 成 績.....	251
澱粉などを支持体とする電気泳動法	253
実 験 装 置.....	253
澱粉の処理.....	254
実 験 仕 方.....	254
実 験 成 績.....	256
参 考 書.....	256