

制絲化学实验

汪家麟編著

江苏人民出版社

序 言

制絲化学实验的要求较为严格。若操作技术不注意，或实验的意义不了解，非但造成时间上的浪费和盲目试验的弊病，而且实验结果亦容易发生错误。为了达到每一个实验的目的要求，非但要注意操作技术，同时要了解每个实验的意义，从而推测发生的反应。这样，通过实验，非但能达到理论与实际相结合的目的，并能培养从观察现象导出结论的习惯。

本书是配合制絲化学理论，选择制絲化学范围内比较有实用价值的材料分作 22 个实验，其中如：絲胶的提取、絲胶的性质、原料茧的解舒测定、生絲的練減率测定、茧湯的酸度测定、影响絲胶溶解度的因素、制絲用水的处理、副产物的处理等等，都有一定的实用意义。

本书对于每一实验的目的、进行的步骤、反应的过程和所用试剂的制备知识等，都作了简明的叙述。这 22 个实验，不必按照本书的程序进行，读者可依据具体情况，自行安排。本书中可能存在的缺点，希望读者指正。

汪 厚 麟

目 录

制絲化学实验工作須知	1
1. 蛋白質的沉淀(上)	3
2. 蛋白質的沉淀(下)	9
3. 絹絲的蛋白質顏色反应	13
4. 絹絲的元素定性分析	19
5. 絲胶的胶体性質	23
6. 絲胶的提取和两种絲胶的分离	27
7. 絲胶的溶解度測定(上)	29
8. 絲胶的溶解度測定(下)	33
9. 化学藥剂对絹絲的作用(上)	35
10. 化学藥剂对絹絲的作用(下)	39
11. 用比色法測定制絲用水的 PH 值	43
12. 緩冲作用	47
13. 制絲用水的硬度簡易測定	51
14. 制絲用水的处理	55
15. 煮茧湯的酸度測定	59
16. 影响双縮脲反应測定解舒指數的因素	63
17. 原料茧解舒指數的測定	67
18. 生絲的炼減率測定	71
19. 蛹油的提取和精制	75
20. 精炼廢液中絲胶的提取和脂肪酸的收回	79
21. 脫脂蚕蛹的利用价值	81
22. 柞蚕絲的化学性質	83

制絲化学实验工作須知

一、实验前

1. 为了充分了解試驗的目的要求，及明确实验的每一步驟，必須仔細閱讀实验指导一遍。这样做，非但在实验前可以作好計劃，很好的安排時間，同时可以操作两种以上的試驗，并且試驗結果容易准确，无須重复試驗，节省時間不少。

2. 事前检查一下实验仪器和藥品是否已經准备好，因为制絲化学实验比一般普通化学实验的要求来得高，来得精細，仪器的清洁和装备的准确对实验的成败起着决定性的作用。

二、实验時

1. 操作时遇有困难，或所得結果与預計者不相符合时，可仔細閱讀实验指导，以便核对实验步驟是否有誤，或閱讀其他参考书，或直接詢問指导教师，但切不可照书抄袭或不注意自己实验結果，因为化学实验結果往往因条件不同而产生不同的現象。

2. 公用試剂或藥品，切勿随便携至个人实验台上，用后应当就归放原处。

3. 所用試藥不宜过多，以免浪費。試剂瓶用过后必須随手将瓶塞塞好，瓶塞必須塞于原瓶上，切不可把这个瓶上的瓶塞放在别个瓶上。已經倒入自己仪器里的剩余藥剂，不可倒回原瓶，以免沾污。

4. 称量藥物，如不注明用分析天秤，只要用普通天秤或台秤。

分析天秤未得教师許可，不可擅自动手。

5. 易燃藥物不可近火，亦不可随意乱丢，以免危險。着火点低的藥物如苯、汽油等，切不可直接用火加热，应当用水浴或电热，以保安全。

6. 废液及殘渣切勿随便乱倒，应当倒入水槽旁边的瓷缸內。

7. 如果遇酸硷或其他腐蝕性物質侵蝕时，应当立即用棉花或紗布擦掉，切不可抓伤皮肤；然后用水洗淨，即至医务室医治。

8. 实验所見現象或实验数据，应直接記入本书有关各节中所留出的空白地位，切勿写在零星紙上。

9. 尽量利用实验時間，計算結果和写好实验报告。

三、实验后

1. 用过的玻璃仪器要当时就洗滌干淨，切勿放到下一次实验前洗滌，因为時間久了不容易洗干淨。实验台应收拾清楚，临时借用的仪器洗淨后，应即归还仪器室，以便周轉。如有损坏，应报告管理員登記。

2. 实验报告根据实验結果，务須簡單、扼要、正确、清晰，不可抄袭书本。

實驗一 蛋白質的沉淀(上)

(一) 目的:

認識蛋白質溶液的不穩定，从不穩定性导出蛋白質沉淀的方法。掌握了这个原理和技术操作后，就能应用于专业上的絲胶提取和分离。蛋白質的沉淀反应可分为两大类：

1. 破坏蛋白質的胶体性質而沉淀；
2. 由于它的化学作用而形成类似盐的不溶性化合物而沉淀。

(二) 实验仪器和材料:

試管，試管夹，烧杯，漏斗，漏斗架，酒精灯，滤紙，量筒。

卵蛋白溶液，肉蛋白溶液，1% 絲胶溶液，硫酸銨晶体，饱和硫酸銨溶液，食盐，95% 乙醇，丙酮，稀醋酸，胶体 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶液，胶体硫化亚砷溶液，0.2% HCl ，0.2% NaOH ，饱和食盐水。

(三) 实验手續:

1. 破坏蛋白質的胶体性而沉淀：蛋白質是一种胶体溶液，若将蛋白質顆粒周围的水化层去掉，或把胶粒上的电荷除去，都能使它沉淀出来。常用的脱水剂为饱和硷金属盐类如硫酸銨、硫酸鈉、氯化鈉的溶液。能降低蛋白質溶液介質常数的有机溶剂，如乙醇、丙酮，或用酸、硷，或用相反电荷的胶体，都能使蛋白質达等电点而沉淀。用盐析法而得到的蛋白質沉淀，沒有变性，可以再溶解于溶媒中，好象原来的天然蛋白質一样；但变性凝固的蛋白質就不能再溶解于溶媒。

(甲) 盐析法：取 5 毫升卵蛋白溶液放在試管里，加入同体积的饱和硫酸銨溶液，并将混合物加以微微振蕩，这时即有蛋白質析出，溶液变成()或()。将此混浊液 1

毫升傾入另一試管中后，加入水 2—3 毫升，振蕩時蛋白質沉淀又（ ）。留下的絕大部分的混濁液，用干燥的濾紙過濾。把清澄的濾液分為三份。將一份濾液加熱煮沸，這時蛋白質溶液即變為（ ）；在另一份濾液中，加 1 克至 2 克的硫酸銨晶体，同時輕輕振蕩至硫酸銨不再溶解為止。這時在加稍過量的硫酸銨濾液中，出現了鹽析的（ ），然後加兩倍體積的水，析出的沉淀（ ）。在最後一份濾液中加入一滴稀醋酸，有什麼現象？（ ）。何以濾液中（即半飽和硫酸銨溶液中）再加入過量的硫酸銨，可以析出蛋白質？（ ）。同樣以食鹽代替硫酸銨，重複以上的試驗，有什麼差別，並比較這兩種鹽對卵蛋白的鹽析作用的強弱。（ ）。用絲膠溶液和肉蛋白溶液，重複以上試驗，並將所得結果填入表內。

蛋白質	加入飽和 (NH ₄) ₂ SO ₄	所得沉 淀加水	濾液加熱	濾液中加入過量 (NH ₄) ₂ SO ₄	濾液中加入 1 滴稀醋酸
卵蛋白					
肉蛋白					
絲膠					

(乙) 反電荷懸膠體的方法：于 3 毫升蛋白質溶液中加入 0.2% NaOH 溶液 1 滴，使呈微鹼性，然後加入陽電性的膠體 Fe(OH)₃ 溶液數滴，則見澄清的蛋白質溶液變為（ ）。）。。

又于 3 毫升的卵蛋白溶液中，加入 1 滴 0.2% HCl 使成微酸性，然後加入陰電性的硫化亞砷溶液數滴，則見清亮的蛋白質溶液變為（ ）。。

用同样方法来試驗肉蛋白和絲胶蛋白。微硷性肉蛋白溶液加
阳性电荷的胶体 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶液(

); 微硷性絲胶
蛋白溶液加阳性电荷的胶体 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶液(

)。微酸
性肉蛋白溶液加阴性电荷的胶体 As_2S_3 溶液(

);
微酸性絲胶蛋白溶液加阴性电荷的 As_2S_3 胶体溶液(

)。

注:

1. 蛋白质溶液的制备:

卵清蛋白: 将一个鸡蛋蛋白放在烧杯里, 加入 100 毫升蒸馏水, 用玻棒搅拌后, 把混和物用麻布过滤(若用新的麻布必須預先洗过, 以除去填充物)。在过滤时, 卵清蛋白很快的滤过, 而大部分的卵球蛋白以及凝块和薄膜都留在麻布上。

肉蛋白: 取 25 克已洗净血迹的肉絲, 用 50 毫升蒸馏水浸 30—40 分钟, 并时常用玻棒搅拌后, 用滤紙过滤, 滤液即肉清蛋白。

絲胶蛋白: 将 1 克絲胶溶于 99 克水中即得 1% 的絲胶溶液。

以上的蛋白质容易腐敗, 可加入一滴甲苯以延迟敗坏。

2. 硫酸镁的盐析作用最强, 若用氯化鈉或其它盐类(如氯化鋁或硫盐鈉)盐析时, 必須使蛋白质溶液呈微酸性后, 才能盐析彻底。

3. 胶体 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 的制法: 取 30% 的 FeCl_3 溶液少許, 慢慢滴入正常沸騰的蒸馏水中, 使成深紅色的胶体溶液。

4. 胶体 As_2S_3 的制法: 取 As_2O_3 (As_2O_3 即砒霜, 有剧毒, 在水中极难溶解) 少許, 溶于水中使成溶液, 如果不能全部溶解则过滤之。加入等量新制的 H_2S 溶液, 此时即成为淡黄色的胶体 As_2S_3 溶液。

(丙) 酒精的脫水作用: 取三个試管各放 2 毫升 95% 乙醇, 在:

第一管中加 0.2% HCl 一滴，再加卵蛋白数滴；

第二管中加 0.2% NaOH 一滴，再加卵蛋白数滴；

第三管中不加酸或硷，保持中性，只加卵蛋白。

将所得结果填入下表。

用同样方法来试验肉蛋白溶液和丝胶溶液，将结果填入表内。

蛋 白 質 类 别	加入試 剂	95% 乙 醇 和 0.2% HCl 后	95% 乙 醇 和 0.2% NaOH 后	95% 乙 醇 后 (不加酸, 硷)
卵 蛋 白				
肉 蛋 白				
絲 胶				

使用盐类或酒精而使蛋白質胶体沉淀，不仅是一种破坏水化层的作用，而是一种极复杂的过程，其詳細原因，現在还不十分明了，有待于今后的研究。

問 題

1. 为什么在未加入阳电性胶体 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶液之前，先使蛋白溶液呈硷性；在未加入阴电性胶体 As_2S_3 溶液之前，为什么使蛋白質溶液呈微酸性？

2. 用硫酸铵盐析蛋白質时，为什么使溶液呈微酸性，能大大地加强它的盐析作用？

3. 根据以上试验，蛋白質被硷金属盐类沉淀时，有没有变性作用同时发生？

4. 要从絲胶溶液中提取絲胶，用什么方法最好(即不改变絲胶的性質)？

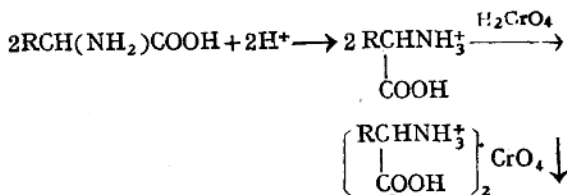
5. 通过以上試驗，你怎样来理解蛋白質的等电点？

实验二 蛋白質的沉淀(下)

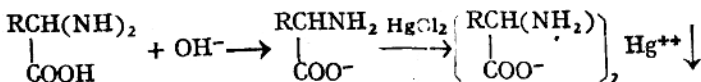
2. 因化学作用而使蛋白質沉淀：由于蛋白質分子中含有羧基—COOH 和 氨基—NH₂，它在酸性溶液中，蛋白質顆粒帶正电荷，使它成阳电荷的离子而与多种酸性沉淀剂，如单宁酸、苦味酸、磷鉍酸、磷鉬酸、偏磷酸(HPO₃)、三氯醋酸(CCl₃COOH)、鉻酸(H₂CrO₄)、或重鉻酸(H₂Cr₂O₇)、低鉄氰酸(H₄[Fe(CN)₆])等，結合成不溶性化合物，所以蛋白質沉淀；反之，在硷性溶液中則使蛋白質顆粒帶負电荷，成阴电荷的离子，因此可与多种重金属盐的金属离子，如銅、鉄、錳、鉛、汞、鉍、金等或不溶于水的类似盐的化合物，以及多种生物硷如奎宁、木鱉硷等，結合或不溶的化合物而得蛋白質沉淀。

現在以化学方程式表示蛋白質的沉淀情况：

1. 在酸性溶液中，蛋白質与酸性沉淀剂的反应：



2. 在硷性溶液中，蛋白質与重金属盐类的反应：



实验仪器和材料：試管，量筒，滴管；

卵蛋白溶液，肉蛋白溶液，1%絲胶溶液，20%单宁酸，2%磷

錳酸鈉, 10% 低鐵氰酸鈉, 10% 鉻酸鉀, 飽和苦味酸, 2% $\text{Pb}(\text{AC})_2$, 1% HgCl_2 , 2% CuSO_4 , 10% FeCl_3 , 奎寧溶液。

實驗手續：

(甲) 由於酸性沉淀劑而蛋白質沉淀：取試管 5 個，每管各放入卵蛋白溶液 2 毫升，分別滴入下列試劑數滴，飽和苦味酸，20% 單寧酸，10% 鉻酸鉀，2% 磷鎢酸鈉，10% 低鐵氰酸鈉。注意各試管的變化，將所見現象填入下表。

加入一滴醋酸於以上各試管內，使呈微酸性後，注意試管中的沉淀物是增加，還是減少？

你怎樣解釋這個現象？

用肉蛋白溶液和絲膠溶液重複以上試驗，並觀察它們的現象，將所得結果填入下表。

蛋白質	試劑	飽和苦味酸	20% 單寧酸	10% K_2CrO_4	2% 磷鎢酸鈉	10% 低鐵氰酸鈉
卵蛋白						
肉蛋白						
絲膠						

(乙) 由於鹼性重金屬鹽或生物鹼試劑而使蛋白質沉淀，取試管 5 個，每管各加入蛋白質溶液 2 毫升，分別滴入下列試劑：2% $\text{Pb}(\text{AC})_2$ ，1% HgCl_2 ，2% CuSO_4 ，奎寧溶液，木鱧鹼溶液。注意各試管的變化，把觀察現象記入下表。

蛋白質	試劑	2% $\text{Pb}(\text{AC})_2$	1% HgCl_2	2% CuSO_4	奎寧溶液	木鱧鹼溶液
卵蛋白						
肉蛋白						
絲膠						

每个試管内繼續加入 0.2% NaOH 溶液 1—2 滴使呈微硷性，观察結果。为什么加入 NaOH 后有差別？試解释之。（

用同样方法来試驗其它两种蛋白質，將試驗結果填入上表。

問 題

1. 为什么誤食升汞或重金属盐类中毒时，用卵蛋白为解毒剂？

2. 用重金属盐使蛋白質沉淀，与硷金属盐的盐析蛋白質有什么不同？

注：

1. 重金属盐的蛋白質沉淀一般是不可逆的，然而某些沉淀，特别是与 CuSO_4 或 $\text{Pb}(\text{AC})_2$ 所得的沉淀，却能溶解于过量的沉淀剂中，这是由于沉淀被吸附在沉淀顆粒上的离子所解胶的結果。

2. 生物硷試剂的沉淀蛋白質的作用，是显示蛋白質的分子中含有氨基的根——杂环的氨基存在——，这是生物硷的特征。这种沉淀反应最好在弱酸性溶液中进行。与沒食子鞣酸作用所生成

的沉淀能溶在过量的没食子鞣酸溶液中。

3. 用 CuSO_4 为沉淀试剂时, 加入的 NaOH 不可过多, 否则成双缩脲反应而得不到沉淀。

实验三 絹絲的蛋白質顏色反应

(一) 目的:

1. 通过蛋白質的顏色反应来認識蛋白質的檢驗方法。
2. 通过这个試驗来認識双縮脲反应測定原料茧解舒的原理。

(二) 試驗仪器及材料:

試管, 試管夹, 酒精灯, 滴管;

卵蛋白溶液, 肉蛋白溶液, 1% 絲胶溶液, 20% NaOH, 稀 (1%) CuSO₄ 溶液, 米伦試剂, 1% 林海宁試剂, 浓硝酸, 氨水, 40% NaOH 溶液, 10% 醋酸鉛。

蛋白質的顏色反应可分为两大类, 第一类为檢驗一般蛋白質的反应及其他联系物, 第二类为檢驗某种氨基酸的特殊反应。

第一类 蛋白質的一般顏色反应:

(1) 双縮脲反应: 一切蛋白質及一切蛋白質的分解产物多縮氨基酸都有此反应。双縮脲反应的顏色是决定于連成縮氨基酸鏈的氨基酸的数目, 縮二氨酸呈蓝色反应, 縮三氨酸呈紫色反应, 而縮四氨酸呈紅色反应。蛋白質在双縮脲反应中呈現紫色的絡合物, 証明在复杂的蛋白質分子中以縮三氨基酸占优越的地位。除蛋白質或分解蛋白質呈双縮脲反应外, 其他非蛋白質而含有两个或两

个以上的 $\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{H} \\ \parallel \quad | \\ -\text{C}-\text{N}-\text{H} \end{array}$ 基, 或含有一个 $-\text{CONH}_2-$ 基和下列任何一基的, 如 $-\text{CS}-\text{NH}_2$, $-\text{C}(\text{NH})\text{NH}_2$, $-\text{CH}_2\text{NH}_2$, $-\text{CRH}\text{NH}_2$, $-\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NH}_2$, $-\text{CH}(\text{NH}_2)\text{CH}_2\text{OH}$ 。脲素是非蛋白質, 亦能呈此反应, 因为脲素加热即失去一分子氨而成为双縮脲, 但仅有一个 $-\text{CONH}-$ 基者并无此反应。

实验手續：在三个試管里分別放入2毫升的絲胶溶液，卵蛋白溶液，肉蛋白溶液，各加入与蛋白質同体积的20% NaOH 溶液，然后再加入2—3滴1% CuSO_4 溶液，观察各試管的顏色变化。

絲胶蛋白 + NaOH + CuSO_4 呈现()。

卵蛋白 + NaOH + CuSO_4 呈现()。

肉蛋白 + NaOH + CuSO_4 呈现()。

注：

1. 加入的 CuSO_4 不可过多，否則生成的 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 的顏色能遮蔽双縮脲反应的顏色，而降低这反应的灵敏度。

2. 若溶液中含有銨盐或鎂盐时，則亦能影响此反应。若有銨盐存在时，应加入过量的 NaOH 或 KOH 溶液，才能得到圓滿的结果。若有鎂盐存在时，則与 NaOH 或 KOH 生成难溶的白色 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 沉淀，使双縮脲反应的顏色不明显。若加硷后而有白色沉淀时，应该在未加 CuSO_4 溶液之前过滤，以除去 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ，然后再加入 CuSO_4 ，則反应即能顺利进行。

3. 有时蛋白質含量过少，顏色不够鮮明，或不够清晰时，可用色环法进行顏色反应，則比較灵敏，使观察者容易察觉。

方法：取1或2毫升稀蛋白質溶液与同体积的 NaOH 溶液放在一試管里，使它混合，斜持試管，沿管壁用滴管小心加入1—2滴1% CuSO_4 溶液，使加入的 CuSO_4 溶液在試管中形成上面的一层与管中的液体不相混和，此时2液层的交界面上，出現了很明显的紫色环。

(2) 林海宁反应：1% 的林海宁水溶液与蛋白質或蛋白質分解的氨基酸微热后，冷却即呈深蓝至紅色反应。这个反应适用于一切蛋白質和一切氨基酸。这反应很灵敏，若同时加入少量的吡啶



，則更能增加它的灵敏性。反应分两步进行：

第一步，林海宁氧化氨基酸。