

www.libtool.com.cn

LIBRARY
OF THE
UNIVERSITY OF CALIFORNIA.

Class

www.libtool.com.cn

www.libtool.com.cn

LIBRARY
OF THE
UNIVERSITY OF CALIFORNIA.

Class

www.libtool.com.cn

www.libtool.com.cn

www.libtool.com.cn

Anleitung

zur

Mikrochemischen Analyse

der wichtigsten organischen Verbindungen

von

H. Behrens,

Professor an der Polytechnischen Schule zu Delft.

Zweites Heft.
(Die wichtigsten Faserstoffe.)

Zweite ergänzte Auflage.

Mit 20 Figuren im Text und drei Tafeln in Farbendruck.



Hamburg und Leipzig.

Verlag von Leopold Voss.

1908.

www.libtool.com.cn

C H 22 /
K 37
11.8
V.2



Alle Rechte vorbehalten.

1. Auflage 1896.

Druck von Hesse & Becker in Leipzig.

Vorwort.

Bei der Bearbeitung der vorliegenden zweiten Auflage des zweiten Heftes der Anleitung zur Mikrochemischen Analyse habe ich mich bemüht, der Arbeit meines verehrten verstorbenen Lehrers ihre ursprüngliche Gestalt behalten zu lassen. Es konnte das um so eher geschehen, weil die in dieser Schrift gegebenen originalen Untersuchungsmethoden ihren hohen Wert beibehalten haben. Ich habe mich daher darauf beschränkt, die Notizen, welche sich in dem Nachlaß Behrens' vorfanden, in der Arbeit einzufügen und nur, soweit die Fortschritte der Faserchemie in den letzten Jahren dies notwendig machten, Umarbeitungen vorzunehmen.

Delft, Juni 1908.

Dr. G. van Iterson jr.

www.libtool.com.cn

Inhaltsangabe.

Erster Abschnitt.

Mikroskopische und mikrochemische Kennzeichen der Faserstoffe.

I. Methode und Hilfsmittel.

	Seite
1. Zweck und allgemeine Methode	1
Apparat.	
2. Das Mikroskop	3
3. Polarisationsapparat und Zeichenapparat	4
4. Hilfsmittel zur Anfertigung von Präparaten	5
Reagentien.	
5. Lösungs- und Fällungsmittel	7
6. Färbungsmittel	8

II. Kurze Beschreibung der wichtigsten Faserstoffe.

A. Gespinnstfasern.

7. Einteilung	9
8. Wolle und andere tierische Haare	10
9. Seide	12
10. Baumwolle	13
11. Flachs	14
12. Hanf	16
13. Jute	17
14. Seltene feine Pflanzenfasern	18
15. Gröbere Pflanzenfasern	19

B. Papierfasern.

16. Übersicht	20
17. Strohzellstoff	21
18. Esparto	22

B. Gruppenteilung mit Hilfe von polarisiertem Licht und Farbstoffen.

www.libtooi.com.cn	
73. Gruppenteilung nach Polarisation und Dichroismus	95
74. Gruppenteilung mittels Farbstoffen	96
75. Kombinationsfärbungen und gemischte Farblösungen	99
76. Bestimmung einzelner Faserstoffe mittels Kombinationsfärbungen	100
77. Abgekürztes Verfahren mit gemischten Farblösungen	102
78. Besondere Methoden zur Auffindung einzelner Faserstoffe	104
79. Zerfaserungsprodukte	108

Vierter Abschnitt.**Darstellung von Dauerpräparaten.**

80. Differenzierte Färbung mit einem Farbstoff	112
81. Differenzierte Färbung mit mehreren Farbstoffen	112
82. Auswaschen, Fixieren	114
83. Einschließen	114
84. Haltbarkeit der Präparate	116

Erklärung der Tafeln	117
--------------------------------	-----



Erster Abschnitt.

Mikroskopische und mikrochemische Kennzeichen der Faserstoffe.

I. Methode und Hilfsmittel.

1. Zweck und allgemeine Methode. Die erste Auflage dieser Arbeit im Jahre 1896 sollte eine Erweiterung des damals üblichen Prüfungsverfahrens für Papier- und Gewebefasern anbahnen. Diesem Verfahren, welches als das botanisch-mikroskopische zu bezeichnen war, konnte nämlich ein physikalisch-chemisches gegenübergestellt werden, von welchem erst schwache Anfänge vorhanden waren, während das übliche Verfahren, welches auf der breiten Grundlage der botanischen Histologie fußte, zumal durch die Bemühungen der Charlottenburger Anstalt für Papierprüfung (jetzt königl. Materialprüfungsamt zu Groß-Lichterfelde) soweit ausgearbeitet war, daß seine Zuverlässigkeit wenig zu wünschen übrig ließ. Den-selben Grad von Zuverlässigkeit mit minder Aufwand von Zeit und Arbeit durch umfassende Anwendung physikalischer und chemischer Hilfsmittel zu erreichen, hierzu sollte die vorliegende Arbeit einen Beitrag liefern.

Bei dem Studium der Mikrochemie von Faserstoffen konnten damals folgende Werke zu Rate gezogen werden: H. Schacht: Die Prüfung der im Handel vorkommenden Gewebe. Berlin 1853; J. Wiesner, Technische Mikroskopie. Wien 1867; J. Wiesner, Die Rohstoffe des Pflanzenreiches. Leipzig 1873; R. Schlesinger, Die mikroskopische und mikrochemische Untersuchung der Textilfasern

(in der französischen Übersetzung von L. Gautier: Examen microscopique et microchimique des fibres textiles. Paris 1875); F. v. Höhnel, Die Mikroskopie der technisch verwendeten Faserstoffe. Wien 1887; W. Herzberg, Papierprüfung. Berlin 1887. — Die Ausbeute an mikrochemischen Reaktionen war recht klein. Die Verfasser der genannten Werke folgten alle dem von dem Botaniker Schacht gewiesenen Wege: sie stellen die morphologisch-anatomischen Kennzeichen oben an, und einzelne derselben (Wiesner, Herzberg) erklärten grundsätzlich, daß die Anwendung von Reagenzien für die Unterscheidung von Faserstoffen keinen Nutzen bringen könne. In Wirklichkeit machten sie von Reagenzien mehr Anwendung, als man nach solch einem Ausspruch erwarten sollte. Wiesner benutzte Lösungsmittel zur Unterscheidung von gebleichtem Flachs und gebleichter Baumwolle; Schlesinger und Höhnel gründeten ihre Gruppenteilung auf das Verhalten der Fasern zu Alkalien und zu Chlorzink-Jodlösung; der erstere wendete daneben in beträchtlichem Umfange Kupferoxydammoniak an, und bei beiden fand man auch einen Anlauf zur Verwendung optischer Hilfsmittel. Schlesinger sagte von dem Polarisationsapparat, derselbe sei für die Untersuchung von Fasern zu entbehren, aber doch sehr nützlich.

In den letzten Jahren haben die chemisch-physikalischen Methoden immer mehr Anwendung erlangt, und die neuen Auflagen von Wiesner, Rohstoffe (2. Aufl. Wien 1902) und Herzberg, Papierprüfung (3. Aufl. Berlin 1907) haben diesen Untersuchungsmethoden Rechnung getragen. Doch ist die ausschließlich botanisch-mikroskopische Methode noch vielfach an technischen Versuchsanstalten in Gebrauch, wo allerdings mit deren Hilfe, vor allem auf dem Gebiet der Papierprüfung, viel geleistet worden ist. Unter Technikern und Kaufleuten sind auch jetzt noch andere Prüfungsmethoden in Anwendung (Ölprobe, Schwefelsäureprobe, Färbungsproben für Erkennung von Holzschliff), die als physikalisch-chemisch zusammengefaßt werden können. Dieser Zweiteilung muß ein Ende gemacht werden.

Durch Anwendung des Mikroskops läßt sich die Tragweite und Genauigkeit der physikalisch-chemischen Methode so weit vermehren, daß dieselbe gleichberechtigt neben der botanischen auftreten kann. Alsdann wird aber ein kombiniertes Prüfungsverfahren aufgestellt werden können, von welchem es möglich scheint, daß es sich in weiterem Kreise verbreiten, und dann sicherlich von großem Nutzen sein wird.

Der vorwiegend chemischen Richtung dieser Schrift und der Beschränkung auf eine grundlegende Arbeit entsprechend, ist der beschreibende, botanisch-mikroskopische Abschnitt knapp gehalten. Im Interesse der Gemeinverständlichkeit sind durchgängig Handelsnamen gebraucht, und nur wo es für die Deutlichkeit nötig schien, die meistens recht umständlichen wissenschaftlichen Benennungen der Substanzen beigelegt. Um an Zeit und an Apparat für die Untersuchung zu sparen, ist derselbe Weg gewählt, wie in der Anleitung zur mikrochemischen Analyse anorganischer Verbindungen. Wie dort ist auch hier an Stelle mikroskopischer Untersuchung, der Besichtigung von Formeinzelheiten und mikroskopischer Messung in erster Reihe mikrochemische Untersuchung zur Anwendung gebracht. Wohl bleibt hier den formellen Kennzeichen das letzte Wort, aber zuerst kommen Färbungsmittel zur Verwendung, durch welche das Gemenge von Faserstoffen in verschieden gefärbte, auf den ersten Blick auseinanderfallende Gruppen von je zwei oder drei Arten zerlegt wird, welche mit Hilfe von polarisiertem Licht noch weiter geteilt werden können. Es liegt auf der Hand, daß durch dieses Verfahren das Suchen und noch mehr das Zählen von Fasern einer bestimmten Art außerordentlich erleichtert und abgekürzt wird. Dabei sollen die Reaktionen so gewählt werden, daß mit Hilfe derselben Dauerpräparate herzustellen sind, welche ohne Bedenken verschickt werden können, und vor grellem Licht geschützt, nach Monaten noch dasselbe Bild liefern, wie unmittelbar nach der Herstellung.

An Material bedarf man für qualitative Prüfungen sehr wenig. Von Papier ist gewöhnlich ein Quadratzentimeter ausreichend, von Gespinst ein Fädchen von 2—3 mm. Für so kleine Mengen bedarf es keiner Schalen und Kochkolben, und hiermit fällt auch das Bedürfnis eines besonderen Arbeitstisches oder gar eines besonderen Laborierzimmers weg. Was an Raum nötig ist, beschränkt sich auf eine Tischecke, auf welcher ein Mikroskop, ein Reagentienkästchen, ein kleiner Gasbrenner und ein halbes Dutzend Objektträger einen vor Staub und Zugwind geschützten Platz finden können.

Apparat.

2. *Das Mikroskop.* Für die Untersuchung von Papierfasern werden nach dem Vorgang der Charlottenburger Versuchsanstalt ziemlich starke Vergrößerungen angewendet (bis 350 fache). Für

mikrochemische Versuche reicht man mit weniger aus: Die meisten Farbenreaktionen sind mit 50 facher Vergrößerung zu beobachten, für die Wahrnehmung der Runzelung auf Wolffasern und der Tüpfel auf größeren Holzzellen genügt 100 fache Vergrößerung, und nur in ganz vereinzelten Fällen wird man versucht sein, über 200 fache Vergrößerung hinauszugehen. Mikroskope, welche diesen Anforderungen entsprechen, sind für mäßigen Preis zu erhalten. Das Mikroskop 7 b des Preisverzeichnisses der Firma W. & H. Seibert in Wetzlar, welches zu 100 Mk. angesetzt ist, gibt Vergrößerungen von 70 bis 610. Vollständiger ausgestattet, mit Okularmikrometer, mit Bewegung durch Triebknopf statt der groben Einstellung aus freier Hand und mit Zugabe eines Objektivrevolvers und eines einfachen Zeichenapparates würde das Instrument auf 157,5 Mk. zu stehen kommen. Bescheidenen Ansprüchen kann das Instrument 8 b genügen, mit Vergrößerungen von 40 bis 180, welches für 48 Mk. geliefert wird. Durch Hinzufügung eines Mikrometerokulars (Ok. 3) ließe sich die Brauchbarkeit des Instrumentes erheblich vermehren, der Preis stellt sich alsdann auf 60 Mk.

3. *Polarisations- und Zeichenapparat.* Mit Instrumenten dieser Art ist der Beobachter auf formelle Kennzeichen und auf Farbenreaktionen angewiesen, Polarisationserscheinungen bleiben unbeachtet. Dieselben sind aber für schnelle Unterscheidung von Faserstoffen so wertvoll, daß jedem, der sich häufig mit derartigen Aufgaben zu befassen hat, die Anschaffung eines Polarisationsmikroskops anzuraten ist, obgleich der Preis durch die Zugabe von zwei Nicols und von einem drehbaren Objekttisch um ein Beträchtliches erhöht wird. Das Instrument, welches für mikrochemische Analyse anorganischer Verbindungen empfohlen ist (Nr. 12. des Seibertschen Preisverzeichnisses, Vergrößerung 40 bis 300, Preis 150 Mk.), ist bei bescheidenen Ansprüchen auch für die Prüfung von Geweben und von Papier zu verwenden; reichlicher ausgestattet, mit Trieb, drei Okularen, drei Objektiven (Vergrößerung 40 bis 900) und Zeichenapparat kostet es Mk. 281,5. Der Zeichenapparat kann bisweilen wertvolle Dienste leisten zur Beglaubigung von Beobachtungen und zur Ausgleichung von Meinungsverschiedenheiten. Er wird auf das Okularende des Mikroskoprohrs geschoben und so gedreht, daß man durch die kleine Öffnung in dem Spiegelkästchen ein möglichst großes Stück des mikroskopischen Bildes übersieht, während das andere Ende des

Kästchens, rechts neben dem Mikroskoprohr, gleichzeitig ein Spiegelbild des Zeichenpapiers und der Bleistiftspitze liefert. Die Beleuchtung wird durch Herunterschieben der Blende oder Beleuchtungslinse so geregelt, daß beide Bilder gleiche Helligkeit haben. Zeichnet man abends, so ist dies leicht durch Verschiebung der Lampe zu erreichen. Man achte darauf, daß während des Zeichnens keine Verschiebung des Papiers und keine irgend erhebliche Änderung der Einstellung des Mikroskops stattfinde, weil es recht mühsam ist, Bild und Zeichnung wieder zur Deckung zu bringen. Die Umrißlinien sind möglichst sauber nachzuziehen, mit Beachtung ihrer wechselnden Breite und Schwärze, dann werden die stärksten Schattenlinien eingetragen, und was jetzt noch in der Zeichnung gewünscht wird, ohne Zeichenapparat ausgeführt, weil derselbe für das Eintragen leichter Schattierungen wenig Nutzen bringt.¹⁾

Dünne Gipsplättchen, für das Einlegen zwischen Okular und Okularnicol mit Kanadabalsam zwischen runde Deckgläschchen gekittet, werden bei der Untersuchung von polarisierenden Kristallen oft zum Hervorbringen von Additions- und Subtraktionsfarben benutzt. Bei der Untersuchung von Fasern kommen sie seltener zur Anwendung; hin und wieder können sie gute Dienste leisten, um die relative Stärke der Doppelbrechung festzustellen. Mit zwei Plättchen (Weiß und Rot erster Ordnung) wird man unter allen Umständen ausreichen.

4. Hilfsmittel zur Anfertigung von Präparaten. Von anderen Hilfsmitteln sind vor allem Objektträger und Präpariernadeln zu nennen. Die Objektträger müssen aus dünnem Glase (höchstens 1 mm dick) geschnitten sein, um, ohne zu zerspringen, häufiges Erhitzen aushalten zu können. Man kann das gewöhnliche Format von 70 mm Länge nehmen und nach Bedarf durch einen Feilstrich und Zerbrechen halbieren. Wer viel mit Chlorzinkjodlösung arbeitet, muß sich mit Präpariernadeln von hartgezogenem Platindraht versehen; für die anderen weiter unten zu besprechenden Färbungsmittel sind diese teuren und wenig dauerhaften Nadeln nicht nötig.

¹⁾ Wünscht man eine Einrichtung, welche größeren Förderungen entspricht, so kann dafür ein Mikroskop von Carl Zeiß empfohlen werden und zwar besonders die Zusammenstellung 14 aus dem Katalog für Mikroskope, Ausgabe 83 (1906) S. 107 mit Stativ VD, Nr. 7705 und Irisblende Nr. 3810. Dabei bestelle man statt der Zählkammer ein Zeichenprisma (Camera lucida), wodurch sich der Preis um 6 Mk. erhöht, dieser beträgt dann 360,50 Mk.

Man nehme Stahlnadeln, Nähnadeln von mittlerer Stärke, in Hefte von Bleistiftstärke eingetrieben. Zum Übertragen von Reagentien auf die Proben dienen Glasstäbchen von 1—1,5 mm Dicke, oder statt derselben Stückchen Platinendraht von 1 mm Dicke und 25 mm Länge, wie die Präpariernadeln in Hefte gefaßt. Patentnadelhalter, mit verschraubbarer Klemmung, nach Art der Taschenbleistifte, sind hierfür zu empfehlen.

Zum Aufnehmen kurzer Fäden und bei dem Auflegen von Deckgläsern braucht man eine Pinzette mit dünnen aber doch steifen Spitzen.

Deckgläser dienen hauptsächlich zur Anfertigung von Dauerpräparaten. Hierfür wird man sich mit Gläschen von 10—12 mm begnügen, um so mehr, als Deckgläser von großem Format bei dem Putzen viele Mühe machen. Das Putzen wird erleichtert, wenn man die Deckgläser auf dünnes Handschuhleder legt, welches, die glatte Seite nach oben gekehrt, auf Holz oder Pappe geleimt ist. Sie haften so fest an dem Leder, daß Rutschen und Zerbrechen kaum noch vorkommt. Das Putzen geschieht mit einem Streifen Filtrierpapier, welchen man unter leichtem Druck, flach anliegend und stets in derselben Richtung über das Glas zieht. Bleiben nach einigen Strichen noch Flecke, so haucht man das Glas zwischendurch an. Nach dem Putzen wird es mit der Pinzette gefaßt und mit einem weichen Pinsel abgestäubt.¹⁾

Für destilliertes Wasser braucht man ein Tropfglas, welches kleine Tropfen gibt, die sich auf dem Objekträger über eine Kreisfläche von 5—6 mm Durchmesser ausbreiten. Recht zweckmäßig sind Tropfgläser mit eingeschliffener Pipette und Kautschukkappe.

Zum Auskochen und Auswaschen größerer Proben hat man einige Reagierröhren und einige Uhrgläser von 30—40 mm Durchmesser nötig; zum Absaugen der Reagentien und des Waschwassers von den Proben Streifen von dickem Filtrierpapier, am zweckmäßigsten 12—15 mm breit, und auf halber Breite umgekniftt.

¹⁾ Zur Anfertigung von Dauerpräparaten bedarf man noch Kanadabalsam, Terpentinöl und Benzen. Kanadabalsam und Lösungen desselben werden am besten in Flaschen mit aufgeschliffener Kappe bewahrt, in welchen sich ein Glasstäbchen oder Eisendraht von 1,5—2 mm Dicke befindet. Man achte darauf, bei dem Herausziehen den Rand der Flasche nicht zu verschmieren. Das Ankleben der Kappe läßt sich übrigens durch Vaselin vermindern.

Als ~~Wärmequellen~~ dient am besten ein Gasflämmchen, aus runder Öffnung brennend, dem man eine Höhe von 7—10 mm gibt. Da für das Veraschen von Papier eine größere blaue Flamme wünschenswert ist, empfiehlt sich die Anschaffung eines kleinen Bunsenbrenners mit regulierbarer Sparflamme (Nr. 1258 des Preisverzeichnisses von Dr. R. Muencke, Berlin, Preis 6 Mk.). Wo kein Gas zur Verfügung steht, kann man sich für ein leuchtendes Flämmchen mit einem Nachtlicht, für die Fälle, wo man eine blaue Flamme nötig hat, mit einer Spirituslampe helfen.

Zur Aufbewahrung der Reagentien, der Nadeln und Glässtäbchen dient ein Kästchen derselben Art, wie es in der Anleitung zur mikrochemischen Analyse anorganischer Verbindungen beschrieben und abgebildet ist. Dasselbe kann Präparatengläser von 3—5 cm³ Inhalt aufnehmen; unter den Fläschchen befindet sich ein Schubfach für kleine Gerätschaften.

Reagentien.

5. Lösungs- und Fällungsmittel.

1. Destilliertes Wasser wird zum täglichen Gebrauch in dem bereits erwähnten Tropfglase bewahrt. Man braucht ziemlich viel davon und hat sich deshalb auf eine Vorratsflasche von etwa 500 cm³ einzurichten.

2. Alkohol, zum Entfetten und zum Ausziehen schwerlöslicher Farbstoffe.

3. Konzentrierte Schwefelsäure, selten und nur in kleiner Menge gebraucht; in einem Fläschchen mit gut schließendem Glasstopfen zu bewahren.

4. Salpetersäure, spezif. Gew. 1,4, wird öfter, aber auch nur in kleiner Menge zur Zerstörung von Farbstoffen und zur Unterscheidung tierischer und pflanzlicher Fasern angewendet. Ebenso wie 3 zu bewahren.

5. Konzentrierte Salzsäure bedarf besonders guten Verschlusses, wenn sie nicht durch ihre Dämpfe lästig werden soll. Man bringe ein wenig Vaselin an den gut eingeschliffenen Stopfen. Salzsäure dient in kleinen Mengen zum Ausziehen und mit metallischem Zinn zum Reduzieren von Farbstoffen.

6. Konzentrierte Essigsäure (Eisessig) kommt öfter in Anwendung, als Lösungsmittel für mehrere Farbstoffe und um Flüssigkeiten eine schwachsaure Reaktion zu erteilen.

7. Atzende Alkalien finden Anwendung zur Zerstörung tierischer Fasern, zur Zerlegung von Pflanzenfasern in einzelne Zellen und bei der Untersuchung von Papierasche. Sie sind schwierig zu bewahren, am besten in Fläschchen mit Kautschukstopfen.

8. Wichtiger ist Natriumkarbonat. Es dient zur Reinigung der Proben durch Auskochen mit einer zehnprozentigen Lösung des Reagens, ferner ist es unentbehrlich, wenn man mit Benzidinfarbstoffen arbeiten will. Man bewahrt es als Pulver.

9. Ammoniakflüssigkeit, in einem gut schließenden Fläschchen zu bewahren. Es dient zum Ausziehen von Farbstoffen, wobei verschiedene Faserstoffe charakteristische Abweichungen in ihrem Verhalten zeigen.

10. Natriumazetat wird angewendet, die Wirkung starker Säuren abzuschwächen. In Pulverform zu bewahren.

11. Natriumsulfat ist ein häufig angewendetes Fällungsmittel bei dem Färben mit Benzidinfarbstoffen.

12. Zinnsalz (Stannochlorid), oder für gelegentlichen Gebrauch ein Streifen gewalztes Zinn von 1,5 mm Dicke, als Reduktionsmittel für viele Farbstoffe.

13, 14. Bei der Untersuchung von Papierasche kommen in Anwendung: Cäsiumchlorid, als Reagens auf Aluminium (daneben die bekannte Lötrohrreaktion mit Kobaltnitrat), und Fluorammonium, zum Aufsuchen von Kieselsäure. Fluorammonium ist in einem paraffinierten Fläschchen, besser in einem von Dr. R. Muencke zu beziehenden Ebonitbüchsen zu bewahren. Zum Arbeiten mit demselben dienen Plättchen oder Schälchen von durchsichtigem Celluloid, ebenda zu beziehen.

15. Kaliumchlorat dient mit konzentrierter Salpetersäure zum Merzerisieren von Rohfasern (Reagens von Schulze). In festem Zustand aufzubewahren.

16. Chromsäure, fest in Fläschchen mit Glasstöpsel zu bewahren. Dient ebenfalls zur Zerlegung von Fasern in einzelne Zellen.

6. Färbungsmittel.

17, 18. Chlorzinkjodlösung, das bis jetzt am meisten gebrauchte Reagens für die Unterscheidung von Faserstoffen. In einem gut schließenden Fläschchen zu bewahren. Kalziumnitratjodlösung nach Selleger leistet gute Dienste zur Unterscheidung der

verschiedenen Zellstoffe.¹⁾ Die Bereitung dieser beiden Lösungen soll unter § 37 besprochen werden.

19, 20, 21. Die salzsäuren Salze von β -Naphtylamin, von m-Phenyldiamin und von Dimethyl-p-Phenyldiamin sind vortreffliche Reagentien für Holzschliff und Jute. Von dem zuletzt genannten Reagens ist das Sulfat vorzuziehen. In Pulverform zu bewahren.

22—33. Teerfarben.¹⁾

22. Malachitgrün, färbt Wolle, Seide, Jute und Holz.

23, 24. Methylenblau und Safranin können zur Unterscheidung von Flachs und Baumwolle dienen.

25. Naphtholgelb S, spezifisches Färbungsmittel für Wolle.

26, 27, 28. Orange II, Orange IV, Croceinscharlach 7 BN, färben Wolle und verholzte Pflanzenfasern.

29—33. Chrysophenin, Benzobraun B, Diazobraun G, Kongo oder Kongo Rubin, Benzoazurin sind Färbungsmittel für gebleichte Pflanzenfasern. Für besondere Reaktionen: Brillantpurpurin R, Benzo-purpurin 10 B.

II. Kurze Beschreibung der wichtigsten Faserstoffe.

A. Gespinstfasern.

7. *Einteilung.* Nach Herkunft, mikroskopischer Beschaffenheit und chemischem Verhalten besteht ein durchgreifender Unterschied zwischen tierischen und pflanzlichen Fasern. Die tierischen Fasern zerfallen weiter in die zwei Gruppen der Tierhaare (Wolle, Pelzhaare) und der Seiden. Die Pflanzenfasern werden nach ihrer Herkunft in Pflanzenhaare (Baumwolle, Pflanzenseide u. dgl.) und Bastfasern (Flachs, Jute usw.) eingeteilt. Dem Techniker liegt es nahe, nach der Verwendung einzuteilen in feine und grobe Fasern (Kokos, Piassava). Daneben besteht noch ein technisch wichtiger Unterschied in der ungleichen Bleichbarkeit, der u. a. stark bei Flachs und Hanf hervortritt.

Auf den folgenden Seiten soll eine kurzgefaßte Beschreibung

¹⁾ Die Namen beziehen sich auf Farben der Elberfelder Fabrik (vorm. F. Bayer & Co.). Das chem.-techn. Bureau des Herrn P. Ferman, Elandsgr. 8, Amsterdam, ist bereit, Anfragen um Farben und Vergleichspräparate entgegenzunehmen.

des mikroskopischen Bildes der wichtigsten Faserstoffe gegeben werden; für ausführliche Angaben, zumal über seltener vorkommende Faserstoffe sind die neuen Auflagen der im Eingange angeführten Werke von Höhnel und Wiesner nachzusehen.

8. Wolle und andere tierische Haare. Die meisten tierischen Haare haben ein recht auffallendes und charakteristisches schuppiges oder quer gerunzeltes Gefüge, welches vielfach irrtümlicherweise als ein besonderes Kennzeichen für Wolle angesehen wird. Ebensowenig kann die Kräuselung als untrügliches Merkmal von Wolle gelten.

Man unterscheidet gekräuseltes Wollhaar, meist ohne Markzylinder (Fig. 1, w) und wenig gekräuseltes Grannenhaar (Fig. 1, g),

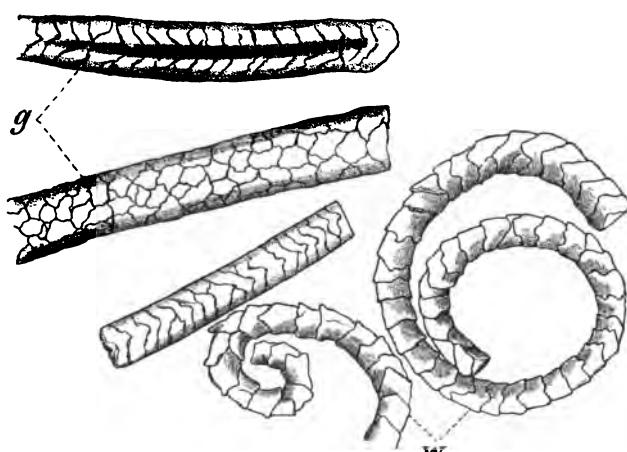


Fig. 1. Wolle. g Grannenhaare, w Wollhaare. 180:1.

oft doppelt so dick und mit Markzylinder versehen. Es gibt Sorten von Schafwolle, welche ausschließlich aus Haaren der letzteren Art bestehen, wie die New-Leicesterwolle, 10—20 cm lang, 30—70 μ dick,

die feinste Abart fast markfrei und nur 30—50 μ messend. Die Schuppen zahlreich, nach Art von Dachziegeln angeordnet. Merino-wolle besteht aus dünnen, markfreien stark gekräuselten Wollhaaren (12—37 μ), mit zylindrischen oder halbzylindrischen Schuppen. Hierher gehören auch die Rambouilletwolle, die Imperialwolle und die sehr feine sächsische Elektoralwolle. Gewöhnliche Landwollen führen beiderlei Arten von Haaren, die Grannenhaare steif und schlicht, bis 100 μ dick, mit starkem Markzylinder (30 μ) und 10 bis 15 Schuppen auf dem Umfang (schon bei 30 facher Vergrößerung wahrzunehmen); die kürzeren Wollhaare (5—7 cm) kraus, halb so dick, mit 1—3 querlaufenden Schuppen auf dem Umfang.

Das Haar ist auf eine lange Strecke zylindrisch; am einen Ende

zugespitzt (Lammwolle) oder abgerieben und zerfasert, am anderen Ende abgeschnitten (Wollschur), oder mit Haarzwiebel versehen (Raufwolle). Die Farbe von Rohwolle ist meistens ein blasses schmutziges Gelb; durch Ausziehen mit Seife und warmem Wasser und nachträgliche Behandlung mit schwefliger Säure kann solche Wolle fast völlig gebleicht werden. Heidschnuckenwolle ist dunkelbraun und lässt sich durch die genannten Mittel nicht bleichen. Der Farbstoff findet sich in Gestalt von dunklen Körnern in den Fasern und Markzellen, während künstliche Färbung gleichmäßig über das Haar verbreitet ist.

Ziegenhaar ist kürzer (4—10 cm), an der Basis stark verdickt (bis 100 μ), mit weitem Markzyylinder (50—80 μ), stark geschuppt, schlicht oder wellig.

Haar von Angoraziegen (Mohairwolle). Fast schlicht, 12 bis 20 cm lang, 30—50 μ dick, markfrei. Schuppen dachziegelförmig, feingezähnt. Charakteristisch ist die grobe Faserung, mit regelmäßig verteilten Längsspalten.

Kaschmirwolle, Thibetwolle. Grob gekraustes markfreies Wollhaar einer Ziegenart. Länge 7 cm, Dicke 13—26 μ . Schuppen und Faserung ähnlich wie bei Mohairwolle.

Alpaka, meistens farbig, grau, braun, rotbraun. Wollhaare und Grannenhaare, erstere 10—15 cm lang, 15—20 μ dick, Schuppen wie an Merinowolle, die Grannenhaare kürzer (5—6 cm), 6 μ dick, mit auffallend weitem Markzyylinder (45—50 μ), doch kommen auch lange Grannenhaare (bis 30 cm), mit engem Markzyylinder vor. Die Haare anderer Kamelziegen (Lama, Vicuña) sind von ähnlicher Beschaffenheit. Sie sind selten geworden; was unter dem Namen Vicognewolle im Handel vorkommt, ist meistens ein Gemenge von Schafwolle mit Baumwolle.

Kamelhaare. Wollhaare 10 cm lang, 10—16 μ dick, lang zylindrisch geschuppt, markfrei, gekräuselt, gelb oder hellbraun. Grannenhaare 5—6 cm lang, 70—80 μ dick, dunkelbraun oder schwarz, Kuhhaaren ähnlich.

Kuhhaar. Vorherrschend Grannenhaare, 5—10 cm lang, 75 bis 130 μ dick, mit weitem Markzyylinder (bis 80 μ). Schuppen fast zylindrisch, dicht gereiht. Das Wollhaar ist kurz (1—4 cm) und dünn (20 μ), gewöhnlich markfrei. Die meisten Haare zeigen eingetrocknete Haarzwiebeln.

9. Seide. Echte Seide, von *Bombyx mori*, besteht aus langen, stark glänzenden zylindrischen Fasern. Rohseide ist blaßgelb, die Farbe ist jedoch nicht gleichmäßig in den Fasern verbreitet, sondern ist einer Hüllschicht von Seidenleim (Sericin) eigen, durch welche die Fasern paarweise verklebt sind. Der Seidenleim ist in feuchtem Zustande klebrig, in trockenem Zustande spröde, infolge davon ist Rohseide manchmal durch anhaftende Körnchen und mikroskopische Fäserchen verunreinigt und zeigt Querrisse, die im mikroskopischen Bilde als scharfgezogene dunkle Linien erscheinen. Durch Kochen mit Seifenwasser (Entschälen) wird die Rohseide in einzelne Fasern von Fibroin zerlegt, die durch schweflige Säure völlig gebleicht werden können. Die Fasern von gebleichter Seide sind glatt und ohne sichtbare Struktur, in stark lichtbrechenden Flüssigkeiten farblos und glasähnlich durchsichtig. Ihr Durchmesser beträgt 8—24 μ , er bleibt auf lange Strecken unverändert. Der Querschnitt ist nicht immer kreisförmig; Fasern mit gerundet dreiseitigem Querschnitt kommen vielfach in Florete seide vor.

Andere Seidenarten unterscheiden sich von echter Seide durch abgeplattete bandähnliche Form und größere Breite der Fasern.

Senegalseide, von *Bombyx Faidherpii*, größte Breite 30—35 μ .

Ailanthusseide, von *Attacus Cynthia*, 40—50 μ .

Yamamaiseide, von *Antherea Yamamaya*, 40—50 μ . Querschnitt keilförmig.

Tussahseide, von *Bombyx Selene*, 50—55 μ , von *Bombyx Mylitta* 60—65 μ . Querschnitt unregelmäßig dreieckig, die Breitseite oft durch schräg verlaufende Verdünnungen (Kreuzungsstellen) unregelmäßig gebändert, was auch an Yamamaiseide häufig

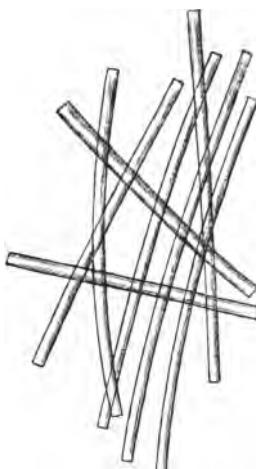


Fig. 2. Echte Seide (Bomb. mori). 180 : 1.

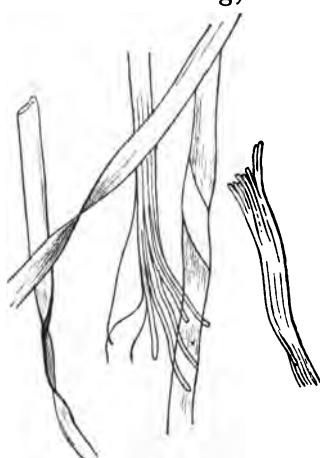


Fig. 3. Chinesische Seide (Shantung Pongees). 180 : 1.

vorkommt. Mehrere dieser sogenannten wilden Seiden (Yamamai, Tussah) sind dunkler gefärbt als echte Seide, graulich oder bräunlich, und weniger gut zu bleichen.

10. Baumwolle. Die Baumwollenfasern sind glatte einzellige Haargebilde und besitzen als solche eine in Kupferoxydammoniak unlösliche Kutikula. Die Länge der Haare (Stapellänge der Baumwolle) ist am kleinsten an indischen Sorten (1—2,5 cm), am größten an ägyptischen und amerikanischen (3—4 cm), die Breite kann zu 20—40 μ angegeben werden. Es sind dies mittlere Maxima für amerikanische Sorten; neben Fasern von 20 μ finden sich solche von 10 und 12 μ ¹⁾, auch ist die Breite nicht über die ganze Länge eines Baumwollhaars dieselbe, da es sich nach dem freien Ende zuspitzt. Die Haare haben einen zentralen Kanal von ansehnlichem Durchmesser (6—12 μ), so daß die Wandstärke ziemlich klein ausfällt. Die Mehrzahl der Haare ist abgeplattet und in langen Schraubenwindungen um ihre Längsachse gedreht (Fig. 4), doch ist diese Abplattung und korkzieherähnliche Drehung, die jedem Beobachter schon bei 40 facher Vergrößerung auffällt, kein untrügliches Kennzeichen für Baumwolle. Fast in jedem Präparat finden sich neben den gewundenen platten Haaren auch schlichte, gleichmäßig gerundete, welche bei flüchtiger Untersuchung für Flachsfasern gehalten werden können. Besonders zahlreich sind diese trügerischen Fasern in dünnen nordamerikanischen und ägyptischen Sorten. Indessen sind die gewundenen Fasern doch überwiegend und ausschlaggebend für das Verhalten der gesponnenen Baumwolle, deren Fäden stets weniger dicht und von geringerem Zusammenhang sind als Fäden von Flachs und Hanf. Dies kommt sehr deutlich zum Vorschein, wenn man einen Baumwollfaden anbrennt und sogleich die Flamme ausbläst, er erscheint dann pinselförmig ausgespreizt (Probe nach Stöckhardt).

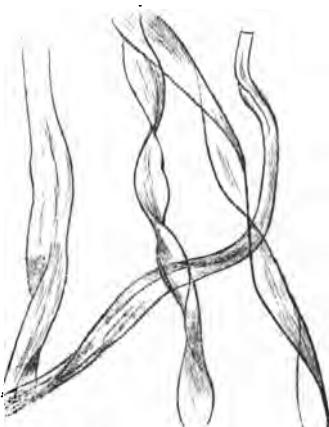


Fig. 4. Baumwolle. 180:1.

¹⁾ Eine gute tabellarische Übersicht findet man in dem Werk von Höhnel (Mikroskopie der techn. verwendeten Faserstoffe), 2. Auflage.

Wenn Baumwollfäden durch reichliche Appretur Glätte und Steifigkeit mitgeteilt ist, so genügt kurzes Kochen mit verdünnter Natronlauge um die charakteristische Weichheit und Rauigkeit zum Vorschein zu bringen. Wolle liefert ebenfalls sperrige Fäden, hat aber ganz andere Oberflächenbeschaffenheit und zeigt ein anderes Verhalten gegen Alkalien und bei dem Verbrennen.

Rohe Baumwolle ist meistens blaß gelblich gefärbt, doch gibt es auch fast weiße Sorten. Zwischen den farbigen Fasern kommen farblose, sehr dünnwandige vor (sogenannte tote Baumwolle), welche, wenn sie in größerer Menge zugegen sind, den Wert der Baumwolle herabsetzen. Durch Bleichmittel kann Baumwolle leicht und vollständig entfärbt werden, dabei verliert die Faser die Kutikula auf lange Strecken, so daß dieselbe an gebleichter Ware fast ganz fehlen kann.

Durch Merzerisieren (Einweichen in Lauge von mehr als 10% NaOH) wird die Baumwollfaser um 25% verkürzt, ihre Dicke nimmt zu, ebenso die Festigkeit (in warmer alkoholischer Lauge wird diese verdoppelt), die Abplattung und Drehung verschwindet, so daß bei oberflächlicher Besichtigung Verwechslung mit Flachs statthaben kann. Wird langfaserige Baumwolle unter dem Merzerisieren gestreckt, so erhält sie seidenähnlichen Glanz und gesteigerte Doppelbrechung; nach dem Färben mit Benzidinfarbstoffen auch gesteigerten Dichroismus.

11. Flachs. Die Bastzellen der Flachsfaser haben eine Länge von 2—4 cm und einen maximalen Durchmesser von 15—17 μ . Sie können durch Mazeration von Flachsfasern mit Salpetersäure und Kaliumchlorat oder mit Chromsäure (kaltgesättigte Lösung, mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt) in ihrem Zusammenhang gelockert und durch vorsichtiges Zerzupfen mit Präparieradeln vollends voneinander getrennt werden. Bei der ansehnlichen Länge der Zellen hat diese Behandlung für die Unterscheidung von anderen Faserstoffen wenig Bedeutung. In den Fasern von gehölztem Flachs sind viele Zellen aneinander gereiht. Die Länge der Flachsfaser geht bis 1,4 m (ägyptischer Flachs), die Dicke kann bis 200 μ betragen. Die dünnsten Fasern, an welchen die Teilung bis zu einzelnen Zellreihen fortgeschritten ist, messen 15 μ . Der Querschnitt ist rundlich oder polygonal, der zentrale Hohlraum viel enger als bei Baumwolle (vgl. Fig. 5, rechts oben). Abgesehen von Bastparenchym und Holzgewebe, welche ungebleichtem Flachs anhaften, zeigt die Flachsfaser oft eine feine

Längsstreifung und eine sehr ins Auge fallende Schräg- und Querstreifung (Verschiebungen) in veränderlichen Abständen, bisweilen ist sie an diesen Stellen auch knotig verdickt (Fig. 5). Es ist damit ebenso bestellt, wie mit der korkzieherähnlichen Drehung der Baumwolle; die Verschiebungen und Knoten kommen nicht an allen Flachsfasern eines Präparates vor, und andererseits werden sie selten ganz vermißt. Glyzerin ist ein gutes Mittel, um die Schrägstreifen stärker hervortretend zu machen. Der unvollkommen gehechelte Flachs enthält öfters Reste von Epidermiszellen, Parenchym und Holzelementen, von welchen besonders die letzteren durch ihre zahlreichen kleinen Poren kennzeichnend sind (Fig. 5). Auch in den aus solchem Material hergestellten Papieren

findet man diese Elemente in gebleichtem Zustande zurück, sie können dann leicht zur Verwechslung mit Holzzellstoff Veranlassung geben.

Recht gute Unterscheidungsmerkmale von Baumwolle kommen bei mechanischer Beschädigung von Flachsfasern zum Vorschein. Durch Quetschung wird sie knotig verbreitert und erhält zahlreiche Längsspalten, durch Zerrung wird sie zu feinen Haaren (Fibrillen) zerrissen, und ebendergleichen sperrige Fibrillen kommen durch starkes Reiben an der Oberfläche der Fasern zum Vorschein,

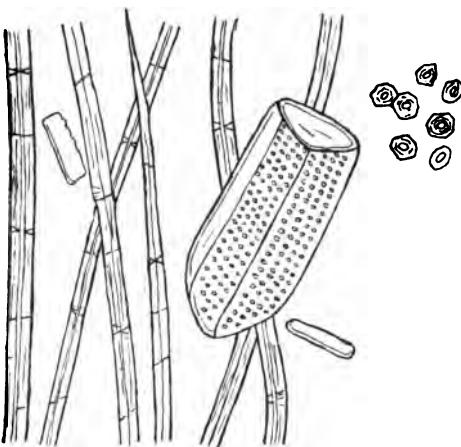


Fig. 5. Rohflachs. 180:1. (Rechts oben: Querschnitte.)



Fig. 6. Zerfaserter Flachs. Aus geschöpft. Druckpapier. 180:1.

zumal von den Verschiebungen ausgehend (Fig. 6). Diese Zerfaserungserscheinungen sind bei Baumwolle selten, und viel weniger hervortretend als bei Flachs und Hanf. An gehecheltem Flachs sind sie schon recht häufig, die größte Bedeutung haben sie für Flachs, der zu Papier verarbeitet ist (Fig. 34—38). — Die Farbe von ungebleichtem Flachs kann je nach der Behandlung der Flachsstengel sehr verschieden sein, von blaß graulichgelb bis bläulichgrau.

12. Hanf. Die Bastzellen des Hanfs haben eine Länge von 3—5 cm und einen Durchmesser von 15—30 μ . Die Enden der Zellen sind nicht spitzig, wie bei Flachs, sondern gerundet und zeigen nicht selten Anfänge von Gabelung. Um diese charakteristischen Formbestandteile zu Gesicht zu bringen, darf man das Kochen mit Salpetersäure und Kaliumchlorat nicht zu lange fortsetzen (eine halbe Minute ist meistens ausreichend) und muß man die Enden der Zellen, welche an den Verschiebungen in kürzere Stücke zerfallen, unter 60—80 facher Vergrößerung suchen, um sie danach unter stärkerer Vergrößerung zu betrachten.

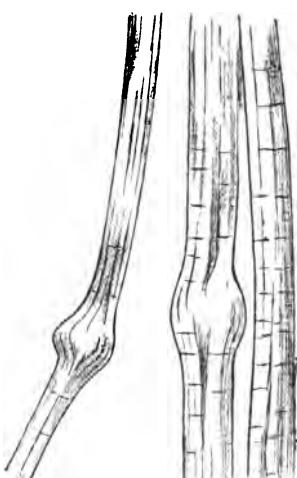


Fig. 7. Hanf. 130 : 1.

Weitere unterscheidende Merkmale sind auf Querschnitten zu finden, zu deren Anfertigung man die Fasern mit einer dicken Lösung von 9 Teilen Dextrin und 1 Teil Glyzerin zu einem Bündel von 1,5—2 mm Dicke zusammenklebt. Nach dem Trocknen schneidet man mit einem scharfen Rasiermesser möglichst dünne Spächen, aus denen das Dextrin mit Wasser ausgezogen wird. Querschnitte von Hanfzellen sind rundlich; gewöhnlich sind mehrere (6—10) verwachsen, während die scharfeckig polygonalen Querschnitte von Flachszellen mehr vereinzelt zerstreut zu sein pflegen. Oft ist in Querschnitten von Hanfzellen eine konzentrische Schichtung wahrzunehmen, welche dem Flachs abgeht. Der Hohlraum erscheint in Querschnitten von Flachs als ein gelblicher Punkt, in Querschnitten von Hanf als ein Strich, oft an einem oder beiden Enden gegabelt. — Die Fasern des Hanfs sind sehr lang (Hanf von Algier erreicht eine Länge von 3 m), dabei sind die einzelnen Fasern nicht viel dicker als die von

Flachs. ~~Die~~ ^{Klebe} Verwachsung zu Faserbündeln, welche schon bei Besprechung der Querschnitte berührt wurde, macht aber, daß die Dicke von gehecheltem Hanf im Mittel doppelt so groß ausfällt als die von gehecheltem Flachs. Von der Streifung, Knotenbildung und von Zerfaserungsprodukten des Hanfs gilt alles, was weiter oben bei Flachs über diese Erscheinungen zusammengestellt ist. Hanf ist selten weiß, meistens dunkler von Farbe, als ungebleichter Flachs, graulich gelb bis grünlich grau. Es ist schwer zu bleichen, was teils in schwacher Verholzung, teils in Fig. 8. Zerfaserter Flachs und Hanf. Aus dem festen Zusammenhalt der Faserbündel seinen Grund hat.



Fig. 8. Zerfaserter Flachs und Hanf. Aus
dickem Zeichenpapier von Schleicher & Schüll.
130 : 1.

13. Jute. Bastfasern von ostindischen *Corchorus*-arten (krautartigen Tiliaceen), die ebenso lang werden können, wie Hanf. Die Länge der Fasern wechselt von 1,5 bis 2,5 m. Ungebleichte Jute ist gelbbraun bis rotbraun, gebleichte Jute erinnert durch ihre Farbe und auch durch die Verwachsung der Fasern zu gestreiften Bündeln an Hanf, ist jedoch steifer und rauher im Anfühlen. Unter dem Mikroskop sieht man bei 60—80 facher Vergrößerung auf vielen der Bündel eine ziemlich feine und regelmäßige Querstreifung, welche durch anhaftendes kleinzelliges Parenchym hervorgebracht wird. Für mikroskopische Erkennung wird Jute am besten durch Kochen mit Natronlauge oder mit Salpetersäure und Kaliumchlorat vorbereitet. Nach dem Auswaschen zerreibt man die Fasern unter gelindem Druck zwischen

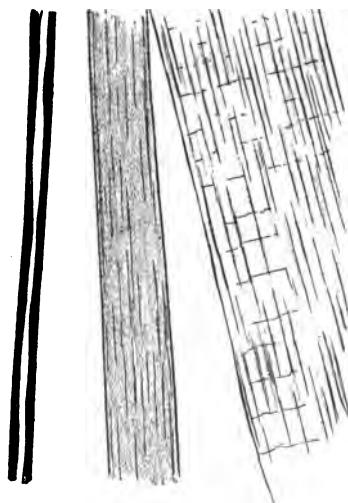


Fig. 9 a. Jute. 130 : 1.

den Fingern oder zwischen zwei Objektträgern. Sie zerfallen hierbei zu Zellen, die durch ungewöhnliche Kleinheit (Länge 1,5—5, im Mittel 2 mm, Dicke 15—17 μ), abgerundete Enden und durch wechselnde Wandstärke und Weite des Hohlraums (Fig. 9 a links) gekennzeichnet sind. Um den sehr charakteristischen ausgebuchten Verlauf des Hohlraums besser ins Auge fallen zu machen, farbe man mit sehr wenig Malachitgrün oder Fuchsins. Vollständige Bleichung der Jute ist sehr schwierig; was als gebleichte Jute im Handel vorkommt ist denn auch durchgängig von der Farbe des ungebleichten Flachs.

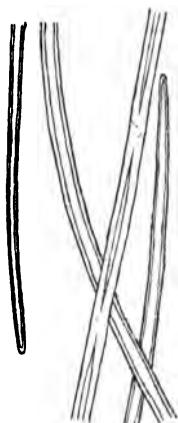


Fig. 9 b. Jutezellstoff. 130:1.
Rechts oben: Faserquerschnitte.

Die Papierindustrie macht gegenwärtig von Jutezellstoff Gebrauch. Dieser Faserstoff unterscheidet sich von der Rohjute dadurch, daß dabei die Bastzellen ganz isoliert vorkommen (Fig. 9 b) und nicht mehr zu Faserbüschel vereinigt sind. Für die Erkennung auf morphologischem Wege hat man wieder die Gestalt des Hohlraumes ins Auge zu nehmen.

Auch die Kleinheit der Bastzellen und dadurch das häufige Auftreten von den sehr langsam zulaufenden, sich schließlich abrundenden Faserenden, ist charakteristisch.

14. Seltener feine Pflanzenfasern. Chinagras und Ramiefaser. Diese Fasern stammen aus dem Baste zweier Rassen von *Böhmeria nivea*, und zwar hat man ursprünglich die Fasern von *B. n. forma chinensis* (weiße Nessel), die im gemäßigten und subtropischen Ostasien kultiviert wird, als Chinagras angedeutet, diejenigen aus *B. n. forma indica* (die grüne Ramie oder Rhea), welche seit längerer Zeit in der indischen Archipel in Kultur ist, als Ramie (vgl. Wiesner, Rohstoffe, 2. Aufl.).



Fig. 10. Kotonisierte Ramie. 130:1.
Rechts oben: Faserquerschnitte.

www.libtool.com.cn

Gegenwärtig gebraucht man für beide Faserarten meistens den letztgenannten Namen. Die Ramiefaser wird vor dem Gebrauch für Gewebe erst kotonisiert, d. h. durch Behandlung mit Chemikalien biegsamer gemacht. Diese Bastzellen gehören zu den längsten (etwa 12 cm) und breitesten (im Mittel 50 μ) und sind hierdurch und durch die Gestalt der Enden und Lumen gut gekennzeichnet (Fig. 10). Der Hohlraum ist meistens weit, bisweilen linienförmig zusammengezogen. Kennzeichnend für die kotonisierte Ramie sind auch die zahlreichen „Verschiebungen“. Im Querschnitt zeigt sich die Faser geschichtet, öfters sind diese Querschnitte mehr oder weniger gebogen.

Neuseeländischer Flachs (Phormiumfaser) gehört zu den feinsten und festesten Gespinstfasern. In ungebleichtem Zustand ist er blaßgelb, in gebleichtem Zustand rein weiß, seidenglänzend. Die Fasern sind leicht voneinander zu trennen, oft mehr als 1 m lang, von glatter, an Seide erinnernder Beschaffenheit. Ihr Querschnitt ist polygonal, oft fast kreisrund. Die Länge der Bastzellen beträgt 5—15, meistens 8—10 mm, die Dicke 10—20 μ . Die Enden sind lang und scharf zugespitzt, der Hohlraum rund, etwas weiter als bei Flachs. Aloehanf ist dem Neuseeländischen Flachs sehr ähnlich.

Ananasfaser (Bromeliafaser, Silkgras, pine-apple fibre) zeichnet sich durch die Dünne der Bastzellen aus, die bei einer Länge von 3—9 mm nur 4—8, meist 6 μ dick sind. Sie sind lang gespitzt, oft gerollt oder gekräuselt, mit sehr engem, auf dem Querschnitt punktförmigem Hohlraum.

15. Gröbere Pflanzenfasern. Von groben Fasern möge zunächst der Manillahanf erwähnt werden, die sehr lange Bastfaser von Musaceen. Feiner Manillahanf hat eine Länge von 1,7—2 m, grobe Fasern erreichen mehr als 7 m Länge, bei einer Dicke von 220 μ . Dabei sind die einzelnen Zellen klein, 2,7—3,2 mm lang (nach Höhnel 3—12 mm), 16—30 μ dick, mit sehr weitem rundlichen Hohlraum. Die Faser ist stärker verholzt, als man nach ihrer weißlich grauen Farbe erwarten sollte. Sehr charakteristisch sind die den Faserbündeln anhaftenden Kieselplättchen (Stegmata), am besten in der Asche von Fasern zu suchen, die vor dem Verbrennen mit Salpetersäure gekocht waren. Nach Behandlung mit verdünnter Salzsäure treten die Stegmata sehr deutlich hervor, perl schnur förmige Reihen von länglichen Plättchen (30 μ), die in der Mitte ein helles Grübchen aufweisen.

www.libtool.com.cn Härter und weniger biegsam ist die Faser von Agaven: Pita oder Tampicohanf, auch, unrichtigerweise, Aloehanf genannt (meistens aus *Agave americana* und *A. mexicana*), Sisalhanf (meistens aus *A. rigidula*) und Maritiushanf (aus den Agaven nahestehenden *Fourcroya*-Arten). Die Länge der Fasern bleibt meistens unter 1 m, die Länge der einzelnen Zellen beträgt im Mittel 2,5 mm, die Dicke 24 μ (nach Höhnel). Das den Faserbündeln anhaftende Parenchym führt Kalziumoxalat in Krystallen von ansehnlicher Größe (bis 0,5 mm).

Noch steifer sind mehrere Palmenfasern (Piassava, Kokosfaser, Siamfaser), von denen nur die Kokosfaser (Coir) beschrieben werden soll. Sie unterscheidet sich von den früher beschriebenen Faserstoffen schon durch ihre starke rotbraune Färbung. Die Länge der Fasern beträgt 15—33 cm, die Dicke, welche von den Enden nach der Mitte zunimmt, 50—300 μ . Durch Kochen mit Natronlauge sind sie leicht in spindelförmige fast farblose Zellen zu zerlegen, die 0,4—1,0 mm lang und 20 μ dick sind. An den Zellen fallen zahlreiche runde Poren auf. Kokosfaser ist sehr gut durch die zahlreichen Stegmata gekennzeichnet, runde Kieselplättchen von 10—16 μ , welche nach dem bei Manillahanf (15) besprochenen Verfahren in der Asche zu suchen sind. Die verkieselten Zellen sind so zahlreich und haften so fest an den Faserbündeln, daß der Versuch ohne Anstand mit Fasern von Kokosmatten ausgeführt werden kann, die lange Zeit in Gebrauch gewesen sind.

B. Papierfasern.¹⁾

16. Übersicht, Von den Faserstoffen, welche zur Verfertigung von Geweben dienen, gelangen Seide und Wolle nur ausnahmsweise und durch Zufall in Papierzeug. Von den Gewebefasern sind vor allen Flachs und Baumwolle gemeint, wenn von Lumpenpapier die Rede ist; daneben sind Hanf und Manillafaser geschätzte Materialien für weniger weißes Papier von großer Festigkeit. Jute liefert ein gelbliches Papier von ansehnlicher Festigkeit, dessen Widerstandsfähigkeit gegen feuchte Luft noch nicht zur Genüge festgestellt ist.

Mit wachsender Ausdehnung der Papierindustrie sind billige und

¹⁾ Von den am meisten vorkommenden Papierfasern werden durch die Firma Schopper in Leipzig Proben in Breiform unter Alkohol in den Handel gebracht, welche im Materialprüfungsamt zu Groß-Lichterfelde geprüft sind.

in großen Massen zu beschaffende Materialien in Aufnahme gekommen, welche in der Spinnerei und Weberei keine Verwendung finden. Die wichtigsten derselben sind: Holz- und Strohzellen, Espartozellen und Holzschliff. Der Strohfaser verwandt, aber doch in einigen Eigenschaften abweichend, sind die Fasern von Maisblättern und von Reisstroh. Bambusfaser liefert ein Papier, welches dem Hanfpapier nahe kommt. Außerordentlich zäh ist auch das poröse und stark durchscheinende japanische Seidenpapier aus dem Bast des Papiermaulbeerbaums (*Broussonetia papyrifera*). Die *Adansonia*-fasern vom Affenbrotbaum (*Adansonia digitata*) werden u. a. zur Herstellung von Schleifpapieren empfohlen. Auf diese, der europäischen Papierindustrie nur ausnahmsweise zugänglichen Materialien soll hier nicht weiter eingegangen werden; ebensowenig werden hier die Torfpapiere behandelt.¹⁾

17. Strohzellstoff. Durch Mazerieren mit einer Lösung von Kalziumbisulfit bei einer Dampfspannung von 5 Atm. zerfällt Stroh in einzelne Zellen. In gebleichtem Strohzellstoff kommen alle Arten von Strohzellen in gut erhaltenem Zustande vor. In erster Reihe sind die bandförmigen, an beiden Enden zugespitzten Faserzellen zu nennen; welche den größten Teil des Gesichtsfeldes einnehmen. Sie messen 0,5—3 mm in der Länge, 10—60 μ in der Breite. Kurze Stückchen dieser

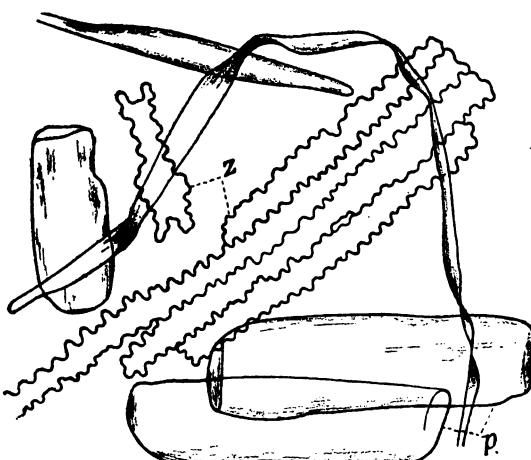


Fig. 11. Strohzellen. z Zackenzellen der Epidermis. p Sackförmige Parenchymzellen. 190 : 1.

Zellen sind, wenn keine Färbungsmittel angewendet werden, mit Baumwolle zu verwechseln. Charakteristischer sind kurze sackförmige Parenchymzellen, von im Mittel 150 μ Breite und 300 μ Länge, meistens ein wenig faltig, ohne Tüpfelung und Streifung. Oft sieht man diese Zellen paarweise ver-

1) Man vergleiche besonders: Selleger, Beurteilung wenig bekannter Faserarten. Wochenschr. f. Papierfabrikation. 1906. Nr. 36.

wachsen. Spärlicher vertreten und weniger ins Auge fallend sind die länglich viereckigen gezackten Oberhautzellen des Strohes (Fig. 11, z). Sie haben eine Länge von 80—200, eine Breite von 12—20 μ . Man darf sich die Mühe nicht verdrießen lassen, sie zu suchen, da mit Hilfe derselben die Anwesenheit von Strohzellstoff in unzweifelhafter Weise festgestellt werden kann. Über die Unterscheidung der verschiedenen Arten von Stroh vermittels dieser Zellen vgl. Wiesner, Rohstoffe des Pflanzenreichs, 2. Aufl., S. 433.

18. *Esparto* (Alfafaser). Die zähen, zylindrisch eingerollten Blätter des Espartograses (*Stipa tenacissima* und *Ligaeum Spartum*) können in derselben Weise wie Stroh zu Zellstoff verarbeitet werden.

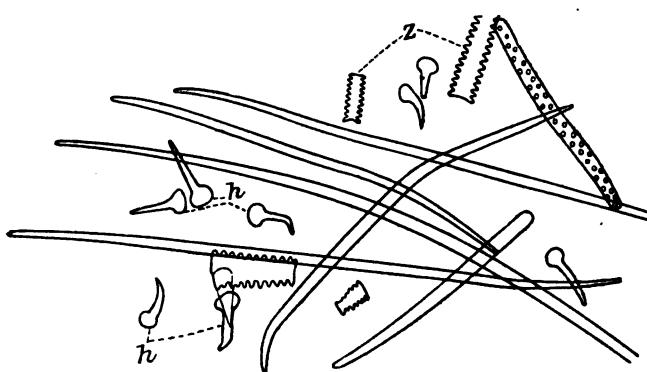


Fig. 12. Espartozellen. z Zackenzellen, h Haare. 180 : 1.

Man findet ihn häufig in den besseren Sorten von englischen Druckpapieren, welche dann durch ein geringes spezifisches Gewicht gekennzeichnet sind.

Außer den

drei Gewebebestandteilen, die auch dem Stroh eigen sind, kommen im Espartozellstoff ganz eigentümlich geformte Haargebilde vor (Fig. 12). Die Faserzellen sind 0,6—2 mm lang, 9—15 μ dick (von *Ligaeum Spartum* doppelt so groß), lang gespitzt, rund, mit sehr engem Hohlraum. An Stelle der Sackzellen treten längere stabförmige Zellen auf. Die Oberhautzellen gleichen den gezackten Zellen des Strohes, jedoch sind sie kleiner (60 μ lang, 13 μ breit). Von größtem Gewicht für die Erkennung des Esparto sind die leicht gekrümmten, an Radieswurzeln erinnernden Härrchen (Fig. 12, h), welche, je nach der Behandlung des Stoffes, bald in großer Menge, bald spärlich angetroffen werden. Sie messen 40—60 μ in der Länge, 9 μ an der Basis.

19. Holzzellstoff. Das mikroskopische Bild von Holzzellstoff kann recht ungleich ausfallen, je nach der Art von Bäumen, welche das Material geliefert haben. Allen Abarten von Holzzellstoff sind

Faserzellen gemeinsam, welche bei flüchtiger Untersuchung mit Faserzellen von Stroh verwechselt werden können.

Die Faserzellen von Nadelholz sind verhältnismäßig groß und dickwandig; das beste Kennzeichen für dieselben hat man an den behöften (doppelt umrissenen) Tüpfeln (Fig. 13 a), indessen darf man nicht meinen, daß dieselben an allen Faserzellen sichtbar sein müßten, überdies ist der doppelte Umriß in Holzzellstoff nicht immer gut erhalten. Neben diesen Zellen kommen in Zellstoff von Nadelholz nur noch länglich viereckige Markstrahlzellen vor, welche an einzelne Sackzellen von Stroh erinnern. Faserzellen von Laubholz sind sehr ungleich: vom Ahorn dickwandig, von Birke, Pappel, Weide und Linde dünnwandig. Dünnewandige Zellen sind oft geknickt, gefaltet und gedreht, um so mehr, wenn sie, wie die Zellen von Birkenholz, sehr lang sind. Neben Faserzellen und Markstrahlzellen führt Zellstoff von Laubholz stets große getüpfelte Gefäßzellen (Fig. 13 b), oft mehr als 500μ lang und an 200μ breit und schon bei 40 facher

Vergrößerung gut zu sehen. Im Zellstoff sind sie infolge ihrer geringen Wandstärke zum Teil gefaltet, geknickt oder zerissen, aber auch in stark beschädigtem Zustand bleiben sie von großem Wert für die Erkennung von Laubholzzellstoff, da ihre auffallende Tüpfelung auch an kleinen Bruchstücken auffällt. Von dem Nadelholz wird am meisten dasjenige der

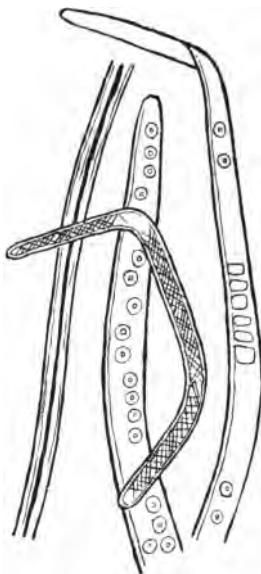


Fig. 13 a. Zellen von Nadelholz. 180 : 1.

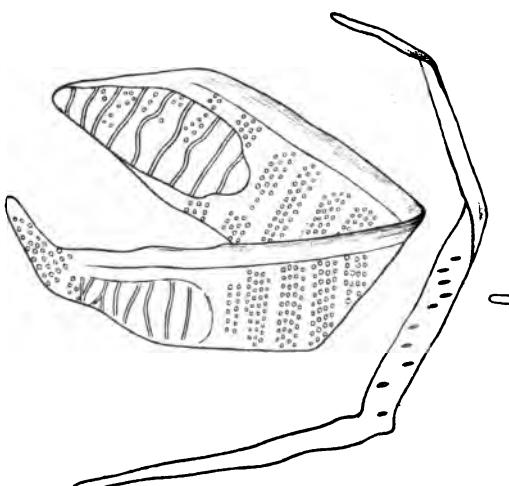
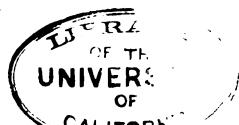


Fig. 13 b. Zellen von Laubholz (Birke). 180 : 1.



Fichte zur Herstellung von Holzzellstoff verwendet, von dem Laubholz dasjenige der Pappel.

20. Holzschliff. Je nachdem auf dem Längsschnitt oder auf dem Querschnitt des Holzes geschliffen wurde, ist das zerkleinerte Holz von vorwiegend splitteriger oder faseriger Beschaffenheit. Holzschliff der ersten Art ist in einem Tropfen Wasser leicht zu zerteilen, und in den Präparaten erkennt man als vorherrschenden Gemengteil verhältnismäßig grobe scharfkantige Splitter. Klümpchen von hariger,

fein zer-
faserter
Holzmasse
kommen nur
ausnahms-
weise vor.

Diese
Klümpchen
sind der
Hauptbe-
standteil von
Holzschliff
der zweiten
Art. Hier
laufen die
recht klei-
nen Splitter
nach ver-
schiedenen
Richtungen
in gebogene

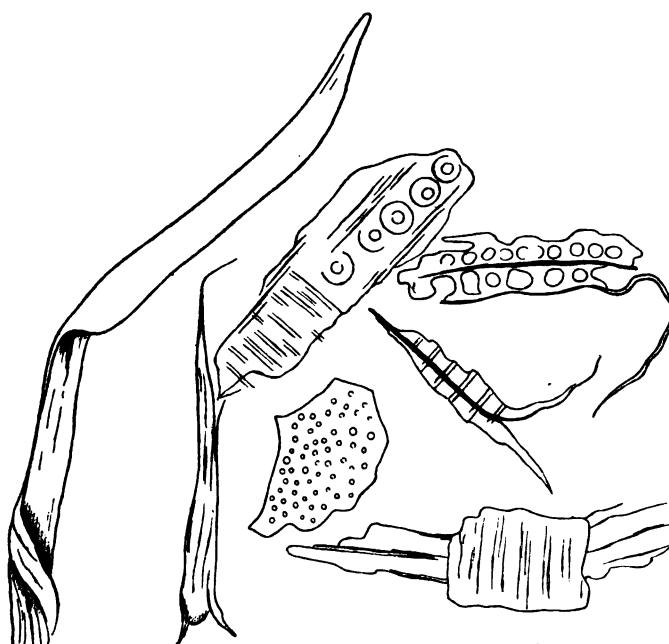


Fig. 14. Holzschliff (Nadelholz). 180 : 1.

und geknickte Fasern aus, die sich untereinander verfilzen, so daß gewöhnlich mehrere Splitterchen in einem filzigen Knäuel versteckt sind. Holzschliff dieser Art (Fig. 14) ist wegen seiner filzigen Beschaffenheit schwer zu zerteilen. Ob Nadelholz oder Laubholz vorliegt, ist leichter auszumachen als an Material, welches auf chemischem Wege zerkleinert ist, weil die behöfteten Tüpfel auf den Faserzellen von Nadelholz in Holzschliff besser erhalten sind als in gebleichtem Holzzellstoff. Man darf nur keine Mühe sparen bei dem Zerteilen der Klümpchen; ist hierin etwas versäumt, so wird das Suchen nach

charakteristischen Zellen sehr ermüdend. Die Gefäßzellen sind in Laubholzschliff meistens zerrissen, doch sind auch Bruchstücke derselben unschwer zu erkennen.

Von dem Holzschliff, der ausschließlich durch Schleifen dargestellt wird, und wohl als Weißschliff angedeutet wird, unterscheidet sich der Braunschliff dadurch, daß man zur Darstellung das Holz zuerst gedämpft hat und erst danach geschliffen. Die Fasern sind dann weniger zersplittet als für Weißschliff; sie sind weniger zerholzt und nähern sich in ihren Eigenschaften dem nicht gebleichten Holzzellstoff.

III. Verhalten der Faserstoffe in polarisiertem Licht.

21. *Anwendung der polarisierenden Prismen.* Der nachstehende Abschnitt soll dem mehrfach ausgesprochenen Verlangen nach einer kurzgefaßten Anleitung zum Arbeiten mit dem Polarisationsmikroskop entgegenkommen. Für theoretische Erörterungen kann auf Lehrbücher der Physik verwiesen werden. Ein theoretisches Verständnis ist zur Einsicht in den Zusammenhang der Erscheinungen wünschenswert, erfordert aber auch ein ziemlich ausgedehntes Studium der Optik und ist für die nächstliegenden Zwecke des Analytikers entbehrlich. Hier gilt es, durch unmittelbare Anschauung an mikroskopischen Präparaten von Kristallen und Fasern eine klare Vorstellung der für analytische Zwecke zu verwertenden Polarisationserscheinungen und der Handgriffe zu gewinnen, durch welche dieselben mit Sicherheit hervorgerufen und nach Bedarf abgeändert werden können.

Ist man im Besitz eines Polarisationsmikroskops, welches mit Fadenkreuz und drehbarem Tisch ausgestattet ist, so braucht man für die richtige Stellung des unteren Nikols nur darauf zu achten, daß der daran befindliche Stift in den Schlitz der Hülse eingreift, in welche der Nikol eingeschoben wird. An weniger vollkommen ausgestatteten Instrumenten gibt man dem unteren Nikol eine solche Stellung, daß seine Diagonalen den Kanten des Objektisches parallel sind, und macht auch die Striche des Okularmikrometers parallel zu einer dieser Kanten. Hiernach wird der obere Nikol auf das Okular gesetzt und gedreht, bis das Gesichtsfeld möglichst dunkel ist. Man arbeitet alsdann mit gekreuzten Nikols, und dies ist bei Polarisations-

versuchen zu analytischen Zwecken in der Regel der Fall. Mit mittelstarken Objektiven und Abhaltung von Oberlicht kann das Gesichtsfeld fast schwarz werden; bei Anwendung schwacher Objektive muß man sich mit weniger vollständiger Verdunkelung begnügen.

Nach ihrem Verhalten zwischen gekreuzten Nikols unterscheidet man einfachbrechende und doppelbrechende (isotrope und anisotrope) Körper; die ersten erscheinen in allen Stellungen dunkel, die letzten heben sich leuchtend, oft mit glänzenden Farben, von dem dunklen Gesichtsfeld ab. Man unterlasse nicht, den Objekttisch zu drehen, sphäroidische Objekte ins Rollen zu bringen und starkes Oberlicht abzublenden, zumal bei Anwendung schwacher Objektive. Einfach brechend sind amorphe Substanzen und Kristalle des regulären Systems (Beispiele: Glaskügelchen, Kristalle von Kaliumchloroplatinat), doppelbrechend sind Kristalle der ungleichachsigen Systeme (Gips, Chininsulfat) und isotrope Substanzen, welche Druck oder Spannung unterworfen sind.

22. Auslöschung der Polarisation. Zu weiterem Studium der Polarisationserscheinungen doppelbrechender Körper bringe man ein wenig Chininsulfat in einem Tröpfchen Terpentinöl oder Petroleum unter ein Deckglas. Die dünnen prismatischen Kristalle werden sich teils weiß, teils farbig von dem dunklen Gesichtsfelde abheben. Man bringe einen derselben in die Mitte des Feldes und drehe den Objekttisch, alsdann wird man sehen, daß er dunkel wird, wenn seine Längsachse einem der Fäden im Okular anliegt, wobei sie in die Polarisationsebene (Fig. 15, a b, c d) von einem der beiden Nikols fällt. Die optische Achse fällt hier mit der kristallographischen Hauptachse zusammen. Dies Verhalten, bei welchem man von gerader Auslöschung spricht, ist Kristallen des tetragonalen, hexagonalen und rhombischen Systems eigen. Solche Kristalle haben noch eine Stellung, in welcher sie

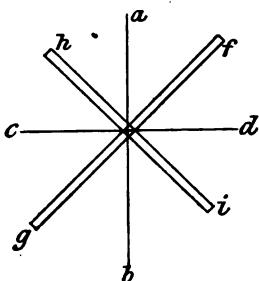


Fig. 15. Polarisationschema. a, b, c d die Hauptschnitte des Nikols, fg, hi prismatische Kristalle im Maximum der Helligkeit.

zwischen gekreuzten Nikols dunkel erscheinen und sich dabei wie amorphe oder reguläre Körper verhalten, nämlich wenn ihre optische Achse mit der Richtung der Lichtstrahlen, hier der Vertikalen, zusammenfällt. Man sieht dies sehr gut an Kristallen von Strontiumoxalat, welches aus einer Lösung abgeschieden ist, welche

freie Salpetersäure enthält. Kriställchen, welche die Spitze der Pyramide nach oben kehren (Fig. 16, a) erscheinen bleibend dunkel, Kristalle, welche auf einer Prismenfläche liegen (Fig. 16, b) polarisieren recht lebhaft und löschen unter 0° und 90° aus. — Nimmt man statt Chininsulfat kleine Kristalle von Kalium-bioxalat oder Gips, so findet man, daß sie nicht unter 0° , sondern in einer schrägen Stellung dunkel werden. Man spricht hier von schiefer Auslöschung (dem monoklinen und triklinen System eigen), und mißt den Auslöschungswinkel, welcher angibt, um wie viele Grade die optische Achse (Bissextrix) von der kristallographischen Hauptachse abweicht, mit Hilfe des Fadenkreuzes und der am Rande des Objekttisches angebrachten Teilung. Man beachte, daß für Kristalle mit schiefer Auslöschung zwei Stellungen möglich sind, in welchen die optische Achse und die kristallographische Achse derselben Vertikalebene angehören, wo dann der Auslöschungswinkel Null werden muß. Hieraus folgt, daß man sich nicht mit Beobachtungen an einem Kristall begnügen darf, und bei Messungen die größten Werte als die wahrscheinlichsten aufzuzeichnen hat.

Querschnitte von rhombischen, monoklinen und triklinen Kristallen sind polarisierend, erstere mit gerader, die beiden letzteren auch mit schiefer Auslöschung. Querschnitte aller ungleichachsigen Kristalle geben in stark konvergentem polarisiertem Licht schwarze Kreuze und farbige Kurven, sogenannte Achsenbilder, über welche das Nähere in einem Lehrbuch der Physik nachzusehen ist. Hier soll nur darauf hingewiesen werden; daß man diese schönen Erscheinungen auch recht gut im Polarisationsmikroskop sichtbar machen kann, wenn man mit mittelstarker Vergrößerung (Seibert Obj. III) einstellt, das Okular wegnimmt, den oberen Nikol auf das offene Mikroskoprohr setzt und den Objektabstand ein wenig verkleinert. Man mache den Versuch mit dünnen Kristallen von Kaliumferrozyanid und mit Plättchen von weißem Glimmer von etwa 0,5 mm Dicke. Den Polarisationsmikroskopen pflegt eine kleine halbkugelförmige Linse beigegeben zu werden, welche bei diesen Versuchen zur Verstärkung der Konvergenz auf den unteren Nikol gelegt wird.

23. *Polarisationskreuze in sphäroidischen Körpern.* Als



Fig. 16. Strontiumoxalat. a tetragonale Pyramiden, aufrecht; b Prismen mit Pyramide, horizontal, polarisierend. 150 : 1.

Objekte für Beobachtungen können mikroskopische Sphäroide von Strontiumkarbonat, Strontiumchromat, Zinkchromat (*Mikroch. Anal. T. I., 18 e, 20 b, d*) und Körner von Kartoffelstärke benutzt werden. Die drei ersten sind Aggregate radial gestellter Prismen, die Stärkekörper mit ihren konzentrischen Schichten von verschiedener Dichtigkeit entsprechen zusammengedrückten Kugeln, in welchen die Pressungen nach dem Mittelpunkt konvergieren. Zwischen gekreuzten Nikols müssen schwarze Kreuze auftreten, durch Auslösung in der Richtung der Polarisationsebenen der Nikols, mit je einem Maximum von Helligkeit in der Mitte jedes Quadranten. Jedoch ist der Durchschnittspunkt der Kreuzarme hier nicht an die Mittellinie des Polarisationsmikroskops gebunden, wie dies für Achsenbilder von Kristallquerschnitten der Fall ist, sondern an die Mittelpunkte der radial gebauten doppelbrechenden Sphäroide, von denen jedes sein besonderes Polarisationskreuz zeigt, ohne daß es dazu einer starken Konvergenz der polarisierten Strahlen bedarf. Sieht man mit dem vollständig ausgerüsteten Polarisationsmikroskop (mit Okular) Polarisationskreuze, so kann man annehmen, daß man mit radialfaserigen Aggregaten doppelbrechender Stäbchen oder mit Pressungen, beziehungsweise mit Spannungen zu tun hat, welche gleichmäßig um die Mittelpunkte der Kreuze verteilt sind, und kann sich vollends hiervon überzeugen durch Verschiebung des Präparats, wobei Kreuze, welche von Aggregat- oder Spannungspolarisation herrühren, ihren Ort im Gesichtsfeld ändern müssen.

24. Polarisationsfarben dünner Prismen. Läßt man Chininsulfat aus einer gesättigten Lösung in heißem Wasser kristallisieren und betrachtet die bei dem Erkalten anschließenden Kristallnadeln zwischen gekreuzten Nikols, so erscheinen die dünnsten grau, dickere zeigen gelbliche, rote und blaue Farbtöne. Behält man einen im Wachsen begriffenen Kristall im Auge, so sieht man die Polarisationsfarbe von Grau in Weiß, Gelb, Rot, Violett und Blau übergehen. Die Reihenfolge dieser Farben ist dieselbe wie die der Newtonschen Farbenringe in auffallendem Licht. Die Farben von Grau bis Rot faßt man als Farben erster Ordnung zusammen; in der zweiten Ordnung unterscheidet man Violett, Blau, Grün, Gelb und Rot; diese Farben kehren in derselben Reihenfolge, aber mit zusehends lichterer Schattierung in der dritten und vierten Ordnung wieder. Darüber hinaus kann man nur noch undeutliches weiß-

liches Grün und Rot unterscheiden. Man sieht sogleich, daß Grau und Weiß für die erste Ordnung bezeichnend sind, daß Violett und Blau den Übergang von der ersten zur zweiten Ordnung kennzeichnen, während keine Farbe anzuweisen ist, welche nicht der zweiten und zugleich auch der dritten Ordnung angehörte. Welche Polarisationsfarbe in einem gegebenen Fall auftreten wird, hängt von der Dicke des doppelbrechenden Stäbchens und von dem Maße von Doppelbrechung (spezifische Doppelbrechung) ab, welches der Substanz eigen ist. Somit hat man an der Polarisationsfarbe ein Mittel, homogene Körper auf Veränderung der Dicke zu untersuchen, und andererseits kann die Beobachtung von Polarisationsfarben benutzt werden, um Objekte von bekannter Dicke auf ihre spezifische Doppelbrechung zu vergleichen.

25. Polarisationsfarben zylindrischer Stäbchen. Um das Verhalten zylindrischer Objekte zwischen gekreuzten Nikols kennen zu lernen, bringe man recht dicke Fasern von weißer oder blaßgelber Seide in Terpentinöl oder Kanadabalsam unter ein Deckglas und betrachte sie zwischen gekreuzten Nikols bei 150 facher Vergrößerung. Dicke Fasern zeigen alsdann einen roten oder violettlichen Mittelstreifen, an beiden Seiten mit Gelb und Weiß gesäumt. Dies Sinken der Polarisationsfarbe entspricht der Abnahme der optischen Dicke von der Mittellinie des mikroskopischen Bildes nach seinen Rändern. Macht man denselben Versuch mit einem Präparat, worin sich Fasern von Flachs, von dicker Seide und von möglichst feiner Wolle befinden, so stellt sich eine große Ungleichheit der spezifischen Doppelbrechung heraus (Fig. 17, Taf. I). Die Flachsfasern zeigen recht lebhafte Farben zweiter Ordnung, von Violett bis Gelblichgrün, die Wolle erscheint in stumpfem Gelb erster Ordnung, die Seide polarisiert etwas stärker, und ihre Polarisationsfarben sind infolge der glashellen Beschaffenheit der Seidenfaser besonders glänzend. Zugleich bemerkt man, daß das eigenartige Gefüge von Flachs und Wolle im verdunkelten Gesichtsfelde sehr deutlich hervortritt.

26. Additions- und Subtraktionsfarben. Wo zwei Fasern oder Kristallnadeln derselben Art und Dicke einander kreuzen, kann Grau oder Schwarz auftreten.¹⁾ Man hat hier mit Aufhebung der

¹⁾ Wollfasern von 20—30 μ sind zu diesem Versuch geeignet. Man nehme 100—150 fache Vergrößerung.

www.libtool.com.cn
Polarisation der kombinierten Objekte zu tun, die durch Subtraktion von zwei gleichgroßen Polarisationswirkungen zustande kommt. Es tritt Addition ein, wenn die beiden polarisierenden Objekte gleichlaufend aufeinander liegen oder sich in einem der Quadranten des Gesichtsfeldes unter spitzem Winkel schneiden, dagegen hat man Subtraktion, wenn die Objekte rechtwinklig gekreuzt sind und eine der Polarisationsebenen des Mikroskops den Kreuzungswinkel halbiert. Liegen verschiedenartige Objekte vor, so kann bei paralleler Überlagerung Subtraktion auftreten; man schreibt alsdann dem einen der beiden Objekte positiven, dem anderen negativen optischen Charakter zu, und deutet dies durch die Zeichen + und - an. Um den optischen Charakter eines polarisierenden Stäbchens festzustellen, bringt man dasselbe in die Mitte des Gesichtsfeldes, dreht bis zu größter Helligkeit (Orientierung unter 45°) und merkt sich die Polarisationsfarbe, die womöglich der ersten oder zweiten Ordnung angehören soll. Hier nach legt man eins der runden Gipsplättchen, welche Polarisationsmikroskopen beigegeben werden (Weiß und Rot erster Ordnung) auf das Okular, so daß die Marken auf dem Blättchen ebenfalls unter 45° orientiert sind, setzt den Nikol wieder auf, und beobachtet abermals die Polarisationsfarbe des Stäbchens, die jetzt, stark verändert, auf farbigem Grunde erscheint. Mit Hilfe der nachstehenden Übersicht kann nun ermittelt werden, ob Addition oder Subtraktion der Polarisationswirkungen von Stäbchen und Gipsblättchen stattgefunden hat, und es bleibt nur noch festzustellen, ob die Längsrichtung des Stäbchens und die Verbindungslinie der Marken auf dem Gipsplättchen gleichlaufend oder gekreuzt sind. Hat man bei gleichlaufender Richtung Additionsfarbe erhalten, so ist das polarisierende Stäbchen mit Bezug auf seine Längsrichtung optisch positiv. Zu weiterer Sicherstellung dreht man um 90° , wobei die Additionsfarbe in Subtraktionsfarbe umschlagen muß.

An rautenförmigen Kristallen kann man die längere Diagonale (Halbierungslinie der spitzen Winkel) als Richtungslinie nehmen.

27. Übersicht. Bestimmung der Polarisationsfarben.
Die nachstehende Übersicht gibt die Additions- und Subtraktionsfarben, welche zwischen gekreuzten Nikols durch Kombination von zwei Gipsplättchen (Weiß und Rot erster Ordnung) mit doppelbrechenden Objekten entstehen, deren Polarisationsfarben von Grau bis zum Rot der zweiten Ordnung gehen.

Mit	Weiß erster Ordnung gibt		Rot erster Ordnung gibt	
	durch Addition	durch Subtraktion	durch Addition	durch Subtraktion
I. Ordnung	Grau	Gelb	Grau	Violett
	Weiß	Rot	Schwarz	Grün
	Gelb	Violett	Grau	Gelb
	Orange	Blau	Weißlich	Orange
	Rot	Grün	Gelblichweiß	Rot
II. Ordnung	Violett	Gelb	Gelb	Violett
	Blau	Orange	Orange	Blau
	Grün	Rot	Rot	Grün
	Gelb	Violett	Blau	Gelb
	Orange	Blau	Blaugrün	Orange
	Rot	Grün	Gelbgrün	Rot

Um mit Hilfe dieser Zusammenstellung auszumachen, welcher Ordnung eine Polarisationsfarbe angehört, bringe man Objekt und Gipsplättchen in dieselben Stellungen, wie für Ermittelung des optischen Charakters, und suche zunächst die Subtraktionsstellung auf, weil man damit die meiste Aussicht hat, zu einer leicht erkennbaren Farbe — Grau und Weiß erster, Violett und Dunkelblau zweiter Ordnung zu gelangen. Bei Anwendung des Gipsplättchens Rot erster Ordnung können Subtraktionsfarben erster Ordnung auf zweierlei Art zustande kommen. Bringt man Weiß erster Ordnung in Subtraktion damit zusammen, so überwiegt die Polarisationswirkung des Gipsplättchens so weit, daß der Rest derselben Weiß erster Ordnung hervorbringen kann, welches bei dem Übergang von Subtraktion zu Addition (Drehung des Objektes um 90°) in Grün zweiter Ordnung umschlägt. Macht man denselben Versuch mit Grün zweiter Ordnung, so überwiegt dieses in der Subtraktion so weit, daß wiederum Weiß erster Ordnung erscheint, und bei dem Übergang zu Addition erscheint auch hier ein Grün, nämlich Grün dritter Ordnung. In diesem Fall muß man das Gipsblättchen Weiß erster Ordnung zu Hilfe nehmen, welches mit Grün zweiter Ordnung in Subtraktion Rot erster, in Addition Rot zweiter Ordnung gibt, dagegen mit Weiß erster Ordnung in Subtraktion Schwarz, in Addition Rot. Man wird gut tun, einige Versuche mit Fasern von Baumwolle und Flachs zu machen, um sich in der Anwendung der Gipsplättchen und der Tabelle zurechtzufinden.

28. Unterscheidung der Faserstoffe nach ihrer spezifischen

Doppelbrechung. Untersucht man verschiedenartige Fasern auf ihre Polarisationsfarbe, so gelangt man zu Unterschieden der Doppelbrechung, welche für die Erkennung einzelner derselben zu verwerten sind. Zwar wird die Polarisationsfarbe, wie wir sahen, nicht nur durch die Natur der Faserstoffe, sondern auch durch die Dicke der Fasern bestimmt, aber auch wenn man verschiedene Fasern von gleicher Dicke miteinander vergleicht, zeigen sich bedeutende Verschiedenheiten in der spezifischen Doppelbrechung. Weil nun weiter die Faserdicke für eine bestimmte Faserart um einen Mittelwert schwankt, so kann man dadurch, daß man zahlreiche Fasern zum Vergleich heranzieht, in der Polarisationsfarbe ein wichtiges Kennzeichen finden. Die schwächste Polarisationswirkung findet man an Gefäßzellen und Parenchymzellen von Holz und Stroh, an Epidermiszellen von Stroh und Esparto. Ihre Polarisationsfarbe erhebt sich nicht über das Dunkelgrau. Etwas weiter, bis zu Hellgrau, geht Wirkung der spindelförmigen Zellen von Kokosfaser. Hiernächst folgt Baumwolle, mit Grau bis Gelb, gewöhnlich hellgrau bis weißlichgrau, und ziemlich gleichlaufend Faserzellen von Holz und Stroh. Wolle hat schwache Polarisation, von Weißlichgrau bis Gelb gehend. Gewöhnlich erscheint sie weiß oder gelblichweiß, auf lange Strecken gleichmäßig gefärbt. Dasselbe Verhalten zeigen Zellen von Phormiumfaser. Ihre Färbung ist sehr schön, wegen der Glätte und Durchsichtigkeit der Faser. Faserzellen von Esparto haben stärkere Doppelbrechung; die Mehrzahl zeigt gelblichweiße Polarisationsfarbe, dazwischen liegen recht viele, die lebhaft gelb und rot gefärbt sind. Dasselbe Verhalten zeigen Zellen von Jute. Es muß dabei bemerkt werden, daß sich kein Unterschied in der Polarisationsfarbe bemerkbar macht, wenn man der Jutefaser den Holzstoff entzieht; es gilt dies allerdings auch für die übrigen Fasern.

Seide zeigt, je nach der Varietät, sehr ungleiches Verhalten. Die vorherrschenden Polarisationsfarben von echter Seide sind Weiß und Bläßgelb, sehr rein und glänzend, selten bis zu Rot ansteigend. Färbung sehr gleichmäßig, kurze Flecke nicht vorhanden. Ähnlich war das Polarisationsbild einer chinesischen Seide mit flacher Faser (wahrscheinlich Yamamaiseide), auf der Breitseite der Faser. Die Farben waren Weißlichgrau, Weiß und Hellgelb, mit wenig Abwechselung. Auf der Schmalseite: Blau und Grün zweiter Ordnung. Ailanthesseide gab auf der Breitseite recht gleich-

mäßige Polarisationsfarbe; von Weißlichgrau bis Gelblichweiß. Die Schmalseite erschien streifig gefleckt, Flecke kurz, zweiter Ordnung, Grund stumpfes Gelb erster Ordnung. Tussahseide gab ein buntes Polarisationsbild (Fig. 17, i, Taf. I), in welchem die ungleichmäßige Dicke der Faser dieser Abart sehr auffallend war. Breitseite: Rot, Violett und Blau, in unregelmäßigen Flecken auf gelbem Grund. Schmalseite breiter als von der vorhergehenden Abart, streifig gefleckt. Farben bis Gelb II. Ordnung gehend. Senegalseide gibt (nach Höhnel) unreine gelbe und bräunliche Farben, sowohl auf der Schmalseite, wie auf der Breitseite.

Flachs, Hanf und Ramie haben die stärkste Doppelbrechung. Die Polarisationsfarbe wechselt von Gelblichweiß erster bis Gelb zweiter Ordnung; am häufigsten kommt Violett vor. Die Fasern erscheinen auf lange Strecken einfarbig. Faserbündel, die bei Hanf und Jute vielfach vorkommen, geben Polarisationsfarben dritter und vierter Ordnung. Die starke Doppelbrechung von Flachs und Hanf wird durch häufiges Waschen und Bleichen und auch durch mechanische Beschädigung der Fasern wenig beeinträchtigt. In Papierzeug erkennt man mit Hilfe der Nikols ohne Mühe zerrissene Fasern von alten leinenen Lumpen, auch dann noch, wenn die Zerfasierung sehr weit getrieben ist. Die dünnsten Fibrillen geben noch Grau, während die Polarisationsfarbe von Baumwolle und von Holzfasern durch Zerreissen sehr bald unter das Dunkelgrau herabgedrückt wird, so daß die Zerreißungsprodukte derselben zwischen gekreuzten Nikols unsichtbar werden.

Übersicht der Polarisationsfarben von Fasern.

Dunkelgrau	{	{	Gefäß u. Parenchymzellen von Holz u. Stroh;
Grau			Epidermiszellen von Stroh und Esparto.
Hellgrau			Zellen von Kokosfaser.
Weiß			Baumwolle; Faserzellen von Holz und Stroh.
Gelb			Wolle; Phormium.
Orange.			Faserzellen von Esparto und Jute.
Rot			Seide.
Violett			Ramie; Flachs; Hanf; Faserbündel von Jute.
Blau			
Grün			
Gelb			

Untersucht man nach § 26 und 27 die Art der Doppelbrechung der Fasern, so ergibt sich, daß dieselben in überaus den meisten Fällen in bezug auf ihre Längsachse positiv doppelbrechend sind. Sie geben dann also Additionsfarben, wenn die Längsrichtung der Faser parallel der Hauptachse des Gipsplättchens läuft, Subtraktionsfarben, wenn die Faserachse die Hauptachse des Plättchens senkrecht kreuzt.

Eine Ausnahme dieser Regel bilden von den hier besprochenen Fasern nur die Kokosfasern¹⁾, welche in bezug auf die Längsrichtung optisch negativ doppelbrechend sind. Man überzeugt sich davon, indem man die Rohfasern zuerst mit Salpetersäure und Kaliumchlorat merzerisiert.

Aber auch die Gefäßelemente des Laubholzes, die Epidermis- und Zachzellen des Strohes, sowie die Elemente, welche der Rohflachs neben den Bastzellen aufweist, zeigen denselben Charakter als die Kokosfasern. Die Stroh-, Holz- und Flachsfasern sind selber in bezug auf ihre Längsachse optisch positiv. Es bilden somit die Präparate von Laubholz- und Strohzellstoff lehrreiche Objekte zum Studium der Additions- und Subtraktionsfarben.

29. Hervorhebung von Form und Gefüge durch Polarisationsfarben. Abplattung von Fasern bewirkt, daß die Polarisationsfarbe zurückgeht. In auffälliger Weise sieht man dies an den Kreuzungsstellen von Seidenfasern, die an chinesischer Seide in großer Zahl vorkommen. Umgekehrt bewirkt Drehung einer flachen Faser ein periodisches Ansteigen der Polarisationsfarbe.

Diese Erscheinung kommt ebenfalls an chinesischer Seide vor, und besonders häufig und schön an Baumwolle. An den Stellen, wo die Schmalseite der Faser nach oben gekehrt ist, kann die Polarisationsfarbe das Violett zweiter Ordnung erreichen, sie sinkt dann durch Rot und Gelb bis zu Hellgrau, um alsbald ebenso regelmäßig wieder anzusteigen. Bei 150—200 facher Vergr. hat man an dem Polarisationsapparat ein vortreffliches Mittel, um Baumwolle und Flachs in kleinen Stückchen zu unterscheiden. Hohlräume machen sich durch Schwächung der Polarisation bemerklich. Man kann hiervon

¹⁾ Es ist dies zuerst von Nemec aufgefunden, welcher Autor auch die seltsam vorkommenden Faserarten auf ihren optischen Charakter untersuchte (Sitz. Ber. Wiener Akad. CX. Bd., Abt. 1, 1902, S. 364). Ich kann mich nicht mit diesem Autor einverstanden erklären, wenn er die Ramiefaser in bezug auf ihre Polarisation mit der Baumwolle gleichstellt (v. I.).

bei dem Suchen nach Jutefasern Nutzen ziehen, um den unregelmäßigen Verlauf des Hohlraums ohne Anwendung von Färbungsmitteln und bei mäßiger Vergrößerung sichtbar zu machen. Schwach umrissene Tüpfel auf Faserzellen von Nadelholz gewinnen zwischen gekreuzten Nikols an Deutlichkeit der Umrandung.

Unebenheiten der Oberfläche und Änderungen des Gefüges treten in polarisiertem Licht meistens scharf hervor. Um die Schuppen auf Wollfasern und die Verschiebungen in Flachs- und Hanffasern sichtbar zu machen, leistet der Polarisationsapparat mindestens ebensoviel als die bisher gebräuchlichen Quellungsmittel, und man erreicht mit ihm seinen Zweck mit weniger Mühe und in der halben Zeit.

30. Dichroismus gefärbter Fasern. Nimmt man von einem Polarisationsmikroskop den oberen Nicol ab, so läßt ein auf dem Objekttisch liegendes Präparat von Flachs und Baumwolle keine Spur von Polarisationserscheinungen wahrnehmen. Anders ist es, wenn die Fasern mit gewissen Farbstoffen behandelt wurden, sie zeigen dann auch mit einem Nicol Polarisationserscheinungen, ähnlich denjenigen, welche von de Sénarmont an Strontiumnitrat durch Färbung mit Campècheholz hervorgebracht sind, aber weit mannigfaltiger. Hat man eine Lösung von Kongorot in heißem Wasser als Färbungsmittel benutzt¹⁾, so erscheinen die Fasern der Baumwolle gleichmäßig rot, während die Flachsfasern in ungleichem Maße gefärbt scheinen, und zwar je nach ihrer Stellung zu der Polarisationsebene des Objekttschnikols (Fig. 18, Taf. I). Dreht man den Objekttisch, so werden die Flachsfasern während einer vollen Umdrehung zweimal dunkelrot und zweimal farblos. Die Erscheinung ist von derselben Art, wie die, welche seit vielen Jahren an Turmalin unter dem Namen Dichroismus bekannt ist. Kürze halber soll nach dem Vorgang von Haider unter Achsenfarbe die Farbe verstanden werden, welche zum Vorschein kommt, wenn die Längsrichtung der gefärbten Faser der Polarisationsebene des Objekttschnikols parallel ist, unter Basisfarbe die Farbe, welche die Faser zeigt, wenn ihr Querschnitt in diese Stellung gebracht wird.

Bei näherer Untersuchung zeigte sich, daß bei weitem nicht alle färbenden Substanzen imstande sind, auf doppelbrechenden Fasern

¹⁾ Man erhitzt unter Zusatz eines Körnchens Natriumkarbonat bis zum Aufkochen, saugt nach dem Erkalten mit Filtrierpapier ab und fügt einen Tropfen Wasser zu.

Dichroismus hervorzubringen, und daß es wenig zur Sache tut, ob die färbende Substanz in kristallisiertem Zustande dichroitisch ist. Unter den basischen Farbstoffen wurde bei drei (Safranin, Methylenblau, Bismarckbraun), unter den Säurefarbstoffen bei keinem, unter den Salzfarbstoffen (Benzidinfarbstoffen) bei recht vielen die Fähigkeit gefunden, Fasern dichroitisch zu machen. Andererseits zeigte sich bei Vergleichung der verschiedenen Faserstoffe eine Abhängigkeit des Dichroismus von der spezifischen Doppelbrechung, die aber nicht ohne Ausnahme ist. Auf Wolle konnte kein Dichroismus hervorgebracht werden, auf Seide wurde nur mit einem der untersuchten Farbstoffen (Benzoazurin) bei sehr starker Färbung schwacher Dichroismus erzielt, schwächer als auf Gefäßzellen von Holz, die nur Dunkelgrau als Polarisationsfarbe zeigten.

Als dann folgen Gefäßzellen, Markstrahlzellen und Epidermiszellen, weiterhin Baumwolle. Für Zellstoff von Holz und Esparto läßt sich keine feste Regel aufstellen, ebensowenig für Holzschliff, weil ihr Verhalten je nach den Farbstoffen Abweichungen zeigt. Etwas stärkerer Dichroismus wurde mit Jute erhalten, recht starker Dichroismus mit Faserzellen von Stroh, weitaus den stärksten Dichroismus gaben Flachs, Hanf und Ramie, und zwar mit allen für diese Versuche geeigneten Farbstoffen.

Mit Kongorot erhält man auf Flachs als Achsenfarbe Dunkelrot (Fig. 18, Taf. I), mit Kongorubin ein schönes Rotviolett; bei Drehung um 90° wird die Faser fast farblos. Auf Faserzellen von Stroh tritt schwaches Rosa als Basisfarbe auf, dasselbe nimmt zu, wenn man zu Faserzellen von Holz und Esparto übergeht, während zugleich die Achsenfarbe schwächer ausfällt. Holzschliff und Jute schließen sich den vorgenannten Fasern sehr nahe an. Für Baumwolle, Gefäßzellen¹⁾, Epidermiszellen ist der Unterschied von Achsenfarbe und Basisfarbe sehr gering. Mit Benzoazurin hat man dieselbe Reihenfolge der Fasern, und die Erscheinungen nehmen denselben Verlauf (Fig. 19, Taf. I). Achsenfarbe ist hier ein rötliches, Basisfarbe ein grünlichiges Blau. Benzobraun B liefert als Achsenfarbe ein rötliches Braun, als Basisfarbe (auch auf Flachs sichtbar) schmutziges Gelb. Diazo-braun G gibt schwärzliches Blaugrau als Achsenfarbe, Gelbbraun

¹⁾ Die optische Orientierung der Gefäßzellen weicht um 90° von der Orientierung der Faserzellen ab.

als Basisfarbe. Baumwolle kommt mit Holzfaser in eine Reihe zu stehen. Ganz abweichend ist der Dichroismus, welchen Safranin hervorbringt. Als Achsenfarbe erscheint auf Flachs ein schönes violettliches Rosa, als Basisfarbe ein lebhaftes Orangegegelb. Holzfaser und Jute kommen neben Strohfaser zu stehen. Baumwolle ist in allen Stellungen gelblich rosa. Man kann mit Safranin sehr auffallende Wirkung erzielen, dennoch sind Kongorubin und Benzoazurin wegen ihrer Zuverlässigkeit und leichten Behandlung vorzuziehen. Man kann ihnen ein wenig Benzobraun oder Diazobraun zusetzen, um Flachs und Hanf auch in der Querstellung einige Färbung zu erteilen.¹⁾

IV. Chemisches Verhalten der Faserstoffe.

A. Lösungs- und Quellungsmittel.

Lösungsmittel kommen für die Erkennung von Faserstoffen seltener in Anwendung als für quantitative Trennung derselben. Die Ursache hiervon ist wohl hauptsächlich in der schleimigen Beschaffenheit der Lösungen, der starken Quellung des Ungelösten und der geringen Haltbarkeit der Lösungsmittel zu suchen. Neben starken Säuren und Alkalien, welche tiefgehende Veränderungen in der Zusammensetzung der organischen Substanzen herbeiführen, hat man noch eine Anzahl spezifischer Lösungsmittel von weniger gewaltsamer Wirkung.

31. *Kupferoxydammoniak. Nickeloxydulammoniak.* Kupferoxyd löst sich in starker Ammoniakflüssigkeit mit dunkelblauer Farbe. Das Reagens löst Zellulose und Seide, letztere langsam, während Wolle ungelöst bleibt. Ebenso werden verholzte Fasern nicht angegriffen, wohl aber blau oder grün gefärbt (Hanf, Jute,

¹⁾ In der Anleit. z. Benutz. d. Polarisationsmikrosk. von H. Ambronn, Leipzig 1892, findet man einige Angaben über künstlichen Dichroismus, die in mehreren Stücken von dem oben mitgeteilten abweichen. U. a. wird angegeben, daß an jeder, mit irgend einer Anilinfarbe gut ausgefärbten Faser Pleochroismus wahrzunehmen sei. Von Färbungsmitteln werden u. a. genannt: Magdalarot, welches mir nicht zu Gebote stand; Eosin, welches mir keinen, und Chlorzinkjod, welches ähnlichen Dichroismus gab, wie Benzoazurin.

Holzsälf(Holz)Recht störend sind Niederschläge von basischen Kupfersalzen, welche durch Abdunsten von Ammoniak entstehen. Man steuert diesem Übelstand durch einen Zusatz von starker Ammoniakflüssigkeit und durch Bedecken der Proben mit kleinen Uhrgläsern. Der Lösung geht starke Quellung vorher, welche bei Baumwolle und Flachs zu blasenähnlichen Aufreibungen führt, während sie bei Seide gleichmäßig verläuft. Aber auch die Fasern, welche sich nicht vollständig lösen, quellen stark, unter Vergrößerung der Struktur, und nehmen eine ansehnliche Menge von Cuprammonium auf, das durch Auswaschen kaum vollständig zu entfernen ist und auch durch Trocknen bei gewöhnlicher Temperatur nicht völlig zersetzt wird. Ein zurückgebliebener Gehalt an Cuprammonium beeinflußt die Färbung von Baumwolle und Flachs mit Benzoazurin (unter Zusatz von wenig Natriumkarbonat), sowie auch den Dichroismus. Die Färbung geht ins Violett und Weinrot, der Dichroismus ist geschwächt und kann sogar zum Verschwinden gebracht werden. Dasselbe Verhalten zeigt sich, wenn bei dem Färben, statt Natriumkarbonat, Lauge oder Ammoniak zur Anwendung kommt. Wiederholtes Ausziehen mit Essigsäure und Wasser bringt mit Cuprammonium behandelte Fasern zu ihrem ursprünglichen Verhalten zurück, ebenso Kochen mit verdünnter Lauge. — Dem Kupferoxydammoxiak kommt in einzelnen Fällen die Entscheidung zu, wenn es sich darum handelt, sehr kleine Stücke von Baumwollfasern mit Sicherheit von Flachs zu unterscheiden. Letzterer wird vollständig gelöst, während von Baumwolle die Kutikula¹⁾) als ein glasähnliches Häutchen zurückbleibt. Allgemeiner Anwendung steht die geringe Haltbarkeit der Reagens im Wege. Es muß unter besonders gutem Verschluß und vor Licht geschützt bewahrt werden. Wer sich desselben öfter bedienen will, wird gut tun, feuchtes Kupferhydroxyd in Vorrat zu halten und davon nach Bedarf durch Schütteln mit starker Ammoniakflüssigkeit aufzulösen.

Dasselbe gilt für die Darstellung von Nickeloxydulammoxiak, welches als spezifisches Lösungsmittel für Seide empfohlen worden ist. Die Flüssigkeit ist hellblau gefärbt, sie löst Seide ziemlich schnell, unter starker Quellung und okergelber Färbung. Baumwolle bleibt unverändert. Das Reagens kann bei der Untersuchung von Shoddyseide gute Dienste tun.

¹⁾ Nicht immer vorhanden, vgl. § 10, Ende.

32. wov libpol. 27.69 **Zinkoxychlorid.** Eine konzentrierte Lösung von Zinkchlorid, welche mit Salzsäure angesäuert ist, bringt Zellstoff von Holz und Stroh sofort zum Zerfließen. Etwas später erfolgt die Auflösung der Baumwolle, unter starker Quellung; zuletzt wird Flachs gelöst. Hanf quillt stark auf und löst sich zum Teil, je nach dem Grade der Bleichung. Stark verholzte Fasern werden nicht angegriffen. Wolle und Seide quellen, dabei kommt der schuppige Bau der Wollfaser deutlicher zum Vorschein. Zusatz von Wasser vermindert das lösende Vermögen und setzt auch die Quellung herab. Das Reagens ist von öriger Konsistenz, durch Aufnahme von Zellulose erhält die Lösung eine schleimige Beschaffenheit, die nicht durch Zusatz von Wasser weggenommen werden kann, weil dabei flockige Trübung entsteht. Besser ist Zusatz von Salzsäure.

Eine Lösung von Zinkoxychlorid ist von Persoz¹⁾ als spezifisches Lösungsmittel für Seide angegeben worden. Die Vorschrift verlangt 1 T. Zinkoxyd und 5 T. Zinkchlorid, mit 5 T. Wasser zu verreiben. Die milchige Masse wird unter Erwärmung mit 5 T. Wasser verdünnt. Seide quillt in dieser Flüssigkeit und löst sich langsam, bei 40° in einer Stunde, bei Siedhitze in 15 Minuten. Pflanzenfasern erleiden starke Quellung, Wolle schrumpft bei dem Kochen mit der Lösung zu dichten unentwirrbaren Klümpchen.

33. Lösungen der Alkalien. Ammoniak bringt weder an Pflanzenfasern noch an Wolle und Seide erhebliche Veränderung hervor. Es wird aus diesem Grunde häufig angewendet, um Säuren zu neutralisieren und Farbstoffe auszuziehen. Natron- und Kalilauge bringen an Pflanzenfasern Quellung hervor und lockern durch Auflösung der Interzellulärsubstanz den Zusammenhang der Faserzellen. Sofern die Quellung nicht im Wege steht, ist Kochen mit Lauge das bequemste und unschädlichste Verfahren, die Zerlegung von Rohfasern in einzelne Zellen vorzubereiten. Man koche zwei bis drei Minuten mit ziemlich starker Lauge (unter 10% Na₂O), unter Ergänzung des verdampfenden Wassers, entferne die gelb oder braun gewordene Lauge und ziehe zweimal mit heißem Wasser aus. Von stark verholzten Fasern wird durch diese Behandlung ein großer Teil der inkrustierenden Substanzen entfernt, während die Zellulose bei Siedhitze nicht merklich angegriffen wird. Vollständige Reinigung

¹⁾ Compt. Rend. 55, 810.

ist ~~windessichtbar auf diesem~~ Wege nicht zu erreichen. Lauge mit mehr als 10% Na₂O kann formverändernde Wirkung üben. Siehe S. 13, Merzerisieren der Baumwolle. — Auf Wolle und Seide wirken Lösungen der Alkalien formverändernd und zugleich lösend. In konzentrierten Lösungen und bei Siedhitze sind auch die Karbonate der Alkalien imstande, Wolle und Seide anzugreifen. Verdünnte Lösungen der ätzenden Alkalien bewirken bei gewöhnlicher Temperatur langsame und gleichmäßige Quellung; die lösende Wirkung wird erst nach längerer Zeit bemerklich. In konzentrierten Lösungen geraten Wollfasern in wurmförmige Bewegung, ihre Dicke nimmt schnell zu, bis zum Dreifachen und selbst bis zum Fünffachen des ursprünglichen Durchmessers, dabei bleibt der schuppige Bau der Oberfläche lange erhalten, und es zeigt sich keine auffällige Verkürzung. Bei erhöhter Temperatur rollen die Fasern sich zusammen und bilden Knäuel. Um vollständige Lösung zu erzielen, muß man einige Minuten lang kochen. Die Lösung ist von dicklicher, schleimiger Beschaffenheit. Andere tierische Haare zeigen ähnliches Verhalten. Seide wird von Lauge langsamer angegriffen als Wolle und zeigt keinerlei auffallende Bewegungserscheinungen. Die Quellung erfolgt von den Schnittflächen aus, mit Schrumpfen in der Längsrichtung. So entstehen keulenförmige Gebilde und zuletzt Klumpen, welche das Ansehen von geschmolzenen Massen haben. Besonders widerstandsfähig erwiesen sich indische und chinesische Seidenarten¹⁾ mit flacher Faser (Tussah, Yamamaya). Bei dem Kochen mit Natronlauge war anfangs nur unbedeutende Quellung wahrzunehmen, später erfolgte das Zusammenschrumpfen so plötzlich, daß es den Eindruck von Schmelzung machte. Die zähen Klumpen zerteilen sich sehr langsam zu einer schleimigen Flüssigkeit. Nimmt man daneben in Betracht, daß der Versuch zu einem einseitigen Ergebnis führt, daß man seine Schlüsse zu bauen hat nicht auf etwas, was man sieht, sondern auf etwas, was man gesehen hat und nun, bei der entscheidenden Beobachtung, nicht wieder auffinden kann, so möchte man am liebsten von diesem Untersuchungsverfahren absehen. Es gibt aber doch Fälle, wo daselbe als durchaus zuverlässiges Hilfsmittel zur Unterscheidung tierischer und pflanzlicher Fasern unentbehrlich ist, und man braucht den Versuch nicht immer bis zu vollständiger Auflösung der Seide und

¹⁾ Der Unterschied in Löslichkeit ist so auffallend, daß man an die Möglichkeit der Trennung von echter Seide denken darf.

Wolle ~~wantzen, wenn~~ man vor allem die Quellungs- und Schrumpfungerscheinungen ins Auge faßt, welche bei Seide und Wolle sehr ausgeprägt und für jede der beiden Fasern kennzeichnend sind.

34. Verhalten zu Säuren. Konzentrierte Schwefelsäure wirkt zerstörend auf alle Arten von Fasern. Wolle verliert darin ihre Schuppen, wird rissig und bildet unförmliche verfilzte Klumpen. Seide bildet ebenfalls Klumpen, nach einiger Zeit ist eine kleisterähnliche Masse entstanden, die von der stark gequollenen Wolle schwer zu trennen ist. Baumwolle löst sich sehr schnell, Flachs und Hanf werden langsamer gelöst.¹⁾ Rohjute und Holzschliff lösen sich langsam, unter Braunfärbung. Konzentrierte Schwefelsäure, welcher ein Drittel ihres Volumens an Wasser zugesetzt ist, pergamentisiert pflanzliche Fasern, wofern dieselben nicht zu sehr verholzt sind, und macht sie für Blaufärbung mittels Jod geeignet. Meistens wird für diese Reaktion eine Lösung von Zinkchlorid angewendet, welche einfacher zu behandeln ist und weniger leicht zerstörend wirkt als Schwefelsäure, aber auch in einigen Fällen versagt, wo Schwefelsäure sich wirksam erweist.

Salpetersäure wirkt in konzentriertem Zustande, und vor allem bei Zusatz von konzentrierter Schwefelsäure nitrierend, bei Anwendung verdünnter Säure überwiegt die oxydierende Wirkung (s. § 35). Dabei bleibt die Struktur der Pflanzenfasern erhalten, sie wird sogar leichter wahrnehmbar, dagegen wird das Verhalten zu Farbstoffen in hohem Maße abgeändert. Dasselbe gilt auch für benzoilierte Fasern.

Konzentrierte Salzsäure wirkt nicht in dem Maße zerstörend wie konzentrierte Schwefelsäure. Sie kann als Lösungsmittel für Seide benutzt werden. Echte Seide löst sich schnell in heißer konzentrierter Salzsäure (eine halbe Minute kochen ist ausreichend), Senegalseide wird nach Höhnel etwas später gelöst, sehr viel langsamer lösen sich die indischen und chinesischen Seidearten (Tussah-, Yamamaia-, Ailanthusseide). Wolle, Baumwolle, Flachs und Hanf erleiden keine sichtbare Veränderung. Verholzte Fasern werden bei erhöhter Temperatur dunkel gefärbt; Holz wird graulich, ungebleichte Jute schwärzlich, ungebleichte Phormiumfaser wird rot, später braun und schwarz.

¹⁾ Hierauf beruht die Schwefelsäureprobe von Kindt und Lehnerdt (51), welche vielfach zur Prüfung leinener Gewebe angewendet wird.

W 35. II Verhalten zu Oxydationsmitteln. Chromsäure und Mischungen von Salpetersäure mit Kaliumchlorat (Schulzes Reagens) zerstören in Pflanzenfaser die inkrustierenden Substanzen und lockern den Zusammenhang der Zellen. Man verwendet eine kaltgesättigte Lösung von Chromsäure, mit ebensoviel Wasser verdünnt, oder verdünnte Salpetersäure (spez. Gew. 1,2), welcher man unter dem Kochen kleine Mengen von Kaliumchlorat zusetzt. Die Wirkung dieser Reagentien ist stärker als die analoge Wirkung der Alkalien, und nicht durch Quellung kompliziert; andererseits ist zu beachten, daß bei andauernder Einwirkung auch die Zellwände angegriffen und durchlöchert werden können. Auf Wolle und echte Seide wirken diese Reagentien in hohem Maße zerstörend. Indische und chinesische Seide wird so wenig angegriffen, daß aus einem Gemenge der Fasern zunächst durch kurzes Kochen mit Salzsäure (34) die echte Seide, sodann durch Erwärmung mit Chromsäurelösung oder mit Schulzes Reagens die Wolle entfernt werden kann. Verdünnte Salpetersäure wirkt langsamer und kann charakteristische Veränderungen von Form und Farbe hervorbringen. Man erwärme auf 50—60° und untersuche zwischendurch den Rand des Probetropfens, wo die Wirkung der Säure sich zuerst geltend macht. Salpetersäure zerstört viele Farbstoffe, ohne die Fasern unkenntlich zu machen (vgl. 55). Baumwolle und gebleichter Flachs werden durch Erwärmung mit verdünnter Salpetersäure nicht verändert, ungebleichter Flachs wird weißlichgelb, Hanf strohgelb, ungebleichte Jute, Kokosfaser, Holzschliff werden dunkelgelb bis rötlichbraun. Ammoniak zieht viel von der Farbe aus. Wolle und Seide werden ebenfalls gelb gefärbt; Ammoniak ändert die Farbe zu Okergelb oder zu hellem Gelbbraun um, zieht aber nichts aus, so daß die Farbe nicht geschwächt, sondern um ein beträchtliches verstärkt wird. Recht charakteristisch sind die Quellungserscheinungen, welche Salpetersäure an Wolle und Seide hervorbringt. An Wollfasern nimmt die Dicke um das Dreifache zu, dementsprechend wird der schuppige Bau größer. Kurz vor dem Eintrocknen rollen die Wollhaare sich zu Ringen und Spiralen, welche ein sehr auffallendes und charakteristisches Bild darstellen. Bei echter Seide geht die Quellung bis zum Achtfachen der ursprünglichen Dicke, hiermit geht indessen starke Schrumpfung in der Längsrichtung zusammen, so daß die Fasern zu kurzen trummelförmigen und faßförmigen Stummeln umgebildet werden. Treibt man die

Wirkung der Säure weiter, so werden Wolle und echte Seide zu dicklichen gelben Flüssigkeiten gelöst, deren Farbe durch Ammoniak in Gelbbraun übergeführt wird. Indische und chinesische Seide zeigt auch hier größere Widerstandsfähigkeit. Die Wirkung der Salpetersäure bleibt lange Zeit auf Gelbfärbung beschränkt. Quellung und Schrumpfung sind geringfügig. Sie machen sich, wie bei der Behandlung mit Lauge (33) erst bei weitgetriebener Konzentration, kurz vor der Auflösung der Fasern geltend.

B. Färbungsmittel.

36. *Natriumplumbat, Chlor, Jod.* Man kann den Farbstoffen im engeren Sinne, welche in Lösung nahezu dieselbe Farbe zeigen wie auf den damit gefärbten Fasern, solche färbende Reagentien gegenüberstellen, welche mit einzelnen Bestandteilen oder Umsetzungsprodukten der Fasern Verbindungen eingehen, deren lebhafte Farbe mit den Farben von Faser und Reagens nichts gemein hat. Ein Reagens dieser letzteren Art für Wolle und andere tierische Haare ist eine Auflösung von Bleioxyd in Natronlauge. Man kann dasselbe je nach Bedarf herstellen, indem man einige Körnchen von Bleiazetat in einem Tropfen erwärmer Natronlauge löst. Wolle wird durch Erwärmen mit dieser Lösung braun gefärbt, durch Bildung von Bleisulfid. Die Reaktion ist empfindlich und entscheidend, da Seide und Pflanzenfasern keinen Schwefel enthalten. Von anderen Reagentien, welche tierische Fasern zu färben vermögen, ist die Salpetersäure zu nennen, welche bereits (35) unter den Oxydationsmitteln besprochen ist, und ferner noch Chlor und Jod. Eine blaßgelbe Jodlösung färbt alle Pflanzenfasern gelb oder gelbbraun; eine merkwürdige Ausnahme, welche von Wiesner aufgefunden wurde, bildet von dieser Regel nur die Faser der cotonisierten Ramie, welche sich blauviolett färbt, eine Eigentümlichkeit, welche für die Erkennung dieser Faser (§ 44 und 47) von großer Bedeutung ist. Starke Jodlösung färbt alle Fasern, auch die Ramie, braun. Beide färben Wolle, Seide gelb oder braun. Außerdem kann Chlor, mit Zuhilfenahme von Ammoniak, zu einer charakteristischen Reaktion auf Jute benutzt werden. Die Chlorierung kann mit konzentrierter Salzsäure und Kaliumchlorat ausgeführt werden. Ist die Jutefaser in diesem Gemisch grünlichgelb geworden, so wird die saure Flüssigkeit mit Filtrierpapier abgesaugt und ein Übermaß von Ammoniak zugesetzt. Hierdurch wird auf

~~ungebleichter Jute einer~~ blutrote, auf gebleichter Jute des Handels eine rotbraune Färbung hervorgerufen, welche schnell abblaßt. Jutezellstoff gibt diese Reaktion nicht. Ähnliche Wirkung wie mit Rohjute erhält man auf ungebleichter Phormiumfaser.

37. Chlorzink-Jodlösung. Kalziumnitrat-Jodlösung. Seit einer langen Reihe von Jahren ist die Färbung von Zellulose mittels Jodlösung von und Kalziumnitrat-Jodlösung und Schwefelsäure (34) oder mittels der Schulze empfohlenen Chlorzink-Jodlösung in Gebrauch. Sie beruht auf einer Veränderung der Zellulose durch Einwirkung wasserentziehender Mittel, wobei eine Substanz (Amyloid) entsteht, welche durch Jod violett oder blau gefärbt wird. Schnellerer und bequemerer Handhabung halber wird die Chlorzink-Jodlösung von vielen Mikroskopikern bevorzugt. Die Lösung ist von Chemikalienhandlungen zu beziehen, kann aber auch leicht hergestellt werden durch Auflösen von 30 T. Zinkchlorid, 5 T. Kaliumjodid und 1 T. Jod in 14 T. Wasser.¹⁾ Ein Übermaß von Jod setzt sich zu Boden und löst sich in dem Maße wie bei oft wiederholtem Öffnen der Flasche Jod abdunstet. Die Wirkung des Reagens ist wesentlich von seinem Wassergehalt abhängig. Setzt man Zinkchlorid zu bis zu ölahnlicher Beschaffenheit, so erhält man mit einem Tropfen der Lösung augenblickliche Blaufärbung, nicht allein auf Baumwolle, sondern auch auf Flachs, aber auch starke Quellung und Zerfließen, welches bei Flachs von den Verschiebungen ausgeht. Mit etwas größerem Wassergehalt erfolgt auf Baumwolle graublaue Färbung. Eine abermalige geringe Verdünnung führt zu violetter oder bordeauxroter Färbung von Flachs und Baumwolle, blauer Färbung auf Strohzellstoff. Man hat alsdann ein Reagens von der Beschaffenheit, wie es durch Herzberg (Papierprüfung) empfohlen ist. Bei dieser Verdünnung erfolgen Quellungen langsam und in mäßigem Umfange. Zerstörungen sind ausgeschlossen. Verlangt man einen Farbenunterschied zwischen Holzzellstoff und Zerfaserungsprodukten von alten Lumpen (79), so muß die Verdünnung noch weiter getrieben werden, bis auf Baumwolle eine rötlich mahagonibraune Farbe entsteht (Fig. 22, Taf. I). Man sieht die Wirkung des Reagens in verschiedenen Stadien der Verdünnung, wenn man ein Tröpfchen ölahnlicher Chlorzink-Jodlösung auf stark angefeuchtete

¹⁾ Eine andere Vorschrift: 90 T. Zinkchloridlösung vom spez. Gew. 2,0, 10 T. Wasser, worin 6 T. Kaliumjodid gelöst werden und ein Übermaß von Jod.

Baumwollfasern gesetzt hat. Es entsteht sogleich ein blauer Fleck, in welchem man das Quellen und Zerfließen vor sich gehen sieht, und um denselben bilden sich violette, rötliche, bräunliche und gelbliche Zonen. Zum guten Teil ist diese Erscheinung aus dem Umstand zu erklären, daß eine mäßige Verdünnung das Zinkchlorid außer Tätigkeit setzt, während die Wirksamkeit des freien Jods erhalten bleibt, indessen ist hierbei zu bemerken, daß Präparate, welche durch konzentrierte Chlorzink-Jodlösung gefärbt sind, auf Zusatz von Wasser ihr lebhaftes Blau mit Bordeauxrot vertauschen. Für die Anwendung der Chlorzink-Jodlösung folgt aus diesen Versuchen, daß man, um gleichmäßige Färbung der Präparate zu erzielen, mit Filtrierpapier bis zur Entfernung sichtbarer Feuchtigkeit absaugen und einen reichlich bemessenen Tropfen des Reagens über die feuchten Fasern ausbreiten muß. Außerdem ist es ratsam, ein Deckglas aufzulegen, um das Abdunsten von Jod und Anziehen von Wasser seitens des Zinkchlorids zu beschränken. Trotz dieser Übelstände ist Chlorzink-Jodlösung wegen der Schnelligkeit und Mannigfaltigkeit ihrer Wirkung von großem Wert. Eine Lösung von mittlerer Konzentration färbt Strohzellstoff blau (Fig. 22, Taf. I). Holzzellstoff blauviolett, Baumwolle, Flachs und cotonisierte Ramie rotviolett bis weinrot (Flachs ins Bräunlichrote), Hanf und unreinen Zellstoff je nach Bleichung von violettlich bis gelb, Rohjute bräunlich, Wolle und Seide strohgelb. Auf verholzten Fasern kann die violette oder blaue Zellstoffreaktion hervorgebracht werden, nachdem durch Kochen mit Lauge oder mit Salpetersäure und Kaliumchlorat die inkrustierenden Substanzen entfernt sind. Färbungen, welche durch Chlorzink-Jodlösung hervorgebracht sind, verblassen an freier Luft in einer halben Stunde; unter Deckgläsern können derartige Präparate bis zum nächsten Tage brauchbar bleiben.

Wünscht man eine Unterscheidung der verschiedenen Zellstoffarten zu erzielen, so kann man dazu die von Selleger¹⁾ empfohlene Kalziumnitrat-Jodlösung verwenden. Man erhält diese, indem man zu einer Lösung von 100 g kristallisiertem Kalziumnitrat in 90 g Wasser 3 ccm einer Jod-Jodkaliumlösung fügt, welche in 50 ccm Wasser 1 g Jod und 5 g Jodkalium enthält. Mit dieser Lösung färben sich Lumpen bordeauxrot, Holzschliff gelb, Strohzellstoff und Laubholzzellstoff stahlblau, ungebleichter Nadelholzzellstoff zitrongelb,

¹⁾ Ein neues Reagens für die mikroskopische Papieranalyse. Papierfabrikant 1903, S. 425.

~~gebleichter~~ Nadelholzzellstoff bleichrosa. Halbgebleichter Zellstoff zeigt eine schmutzig braunviolette Färbung. Für rasche Orientierung verdient die Chlorzinkjodlösung den Vorzug, aber für die feinere Unterscheidung leistet die Lösung von Selleger vorzügliche Dienste.

38. Reagentien für Holzstoff. Als färbende Reagens für Holzstoff (Bastose, Lignose) ist von Wiesner Anilinsulfat empfohlen worden. Es färbt Holz, Jute, ungebleichten Hanf zitrongelb; auf Baumwolle, gebleichtem Flachs, Wolle und Seide bringt es keine Färbung hervor. Weitere Verbreitung hat ein anderes, ebenfalls von Wiesner empfohlenes Färbungsmittel gefunden, Phloroglucol, mit Zubilfenahme von Salzsäure. Es färbt Holz, Jute und Hanf violett. Die Wirkung dieser Reagentien beruht auf der Bildung stark gefärbter Kondensationsprodukte mit noch wenig bekannten aldehydähnlichen Bestandteilen des Holzes. Dem Anilin analog wirken viele andere Amine; ebenso können an Stelle des Phloroglucols andere Phenole angewendet werden. Phenol färbt, mit Zusatz von konzentrierter Salzsäure, blaugrün (Runge), Pyrogallol, mit einer sauren Lösung von Stannichlorid, färbt violett (Reichl), dunkler als Phloroglucol. Alle Phenole bedürfen wasserentziehender Mittel, um mit Holzstoff farbige Kondensationsprodukte zu geben; die Färbung erfolgt außerdem im ganzen langsamer als mit Aminen. Pyrrol und Indol (Niggli) färben dunkelrot; sie bedürfen noch Mitwirkung von freier Salzsäure. Naphtylamin und die Phenylendiamine geben, als neutrale Salze angewendet, starke Färbungen. Mit dem Chlorhydrat von β -Naphtylamin erhält man lebhaftes Orangegegelb, mit dem Chlorhydrat von m-Phenylendiamin kräftiges Rotbraun. Dimethyl-p-Phenylendiamin (C. Wurster) wird am besten als Sulfat angewendet; es färbt karmoisinrot. Bei Anwesenheit von freier Salzsäure geben die beiden letztnannten Reagentien dunkelgelbe Färbung. Man kann dieselben, sowie auch das Chlorhydrat von β -Naphtylamin in Pulverform recht lange bewahren. Zum Gebrauch löse man einige Körnchen durch Erwärmten in einem Tropfen Wasser. Erste Bedingung bei der Ausführung von Färbeversuchen mit diesen Reagentien ist gutes Auswaschen, wenn oxydierende Mittel angewendet waren, da diese mit aromatischen Aminen und auch mit Phloroglucol Farbstoffe liefern können, auch dann, wenn auf den Fasern keine inkrustierenden Substanzen anwesend sind. Im übrigen sorge man für neutrale Reaktion. Freies Alkali, welches die Färbung verhindern kann, wird durch Essig-

säure unschädlich gemacht, freie Mineralsäuren durch Natriumazetat. In beiden Fällen erwärmt man nach dem Auftragen des färbenden Reagens bis zum Trocknen. — Um besser beurteilen zu können, welches Reagens im gegebenen Fall anzuwenden ist, kann man sich durch Bestreichen verschieden gefärbter Holzpapiere (Zeitungspapier, ordinäre Packpapiere und Tapetenpapiere) mit Lösungen der Reagentien Musterblätter anfertigen. Man erfährt hierbei zugleich, wie lange man warten muß, um die volle Wirkung der Reagentien zu erhalten. Die Reaktionen sind leicht auszuführen, und sie versagen nur in Fällen, wo es sich um verholzte Fasern handelt, die bereits stark mit Faserstoffen beladen sind, welche sich nicht ohne eingreifende Veränderung der Fasern abziehen lassen.

Von Croß und Bevan (Cellulose 1895, S. 124) ist ein Gemisch von Ferrichlorid und Kaliumferricyanid als empfindliches Reagens auf verholzte Fasern (Lignozellulose) angegeben. Es wird Berlinerblau niedergeschlagen, auf Rohjute sogar bis 20% ihres Gewichts. Bei näherer Untersuchung hat sich herausgestellt, daß gebleichter Flachs und Baumwolle keinen Niederschlag hervorbringen, nach dem Auswaschen sind die Fasern nicht gefärbt. Gebleichter Holz- und Strohzellstoff scheint nicht zu reagieren, doch zeigt sich nach längerer (5 Min.) Einwirkung in gelinder Wärme auf den ausgewaschenen Fasern grünliche Färbung, an Bündeln und Knäuel leicht wahrzunehmen. Halbgebleichter Sulfitzellstoff wird stark gefärbt und bewirkt augenblicklich Färbung (grün bis blau) des Reagens. Ungebleichter Flachs und Hanf, sowie halbgebleichte Jute werden stark gefärbt (blaugrün bis blau). Die Reaktion ist sehr empfindlich, aber bei Zimmertemperatur etwas träge. Gelindes Erwärmen fördert sehr, indessen hat man dieses Hilfsmittel mit Behutsamkeit anzuwenden, damit blaue Randsäume sich nicht bis zu den Fasern ausbreiten. — Ungebleichter Hanf und Holzschliff werden augenblicklich gebläut. Auf ungefärbtem Papier ist das Reagens sehr gut zu verwenden zum Aufsuchen von Schliff und halbgebleichten Fasern, auf gefärbtem Papier steht es den Aminen nach, da es auch mit mehreren der gebräuchlichen Farbstoffe dunkelfarbige Niederschläge gibt.

39. *Anwendung von Teerfarbstoffen.* Färbeversuche mit Teerfarbstoffen sind an losen, auseinander gerupften Fasern leicht auszuführen und erfordern wenig Zeitaufwand. Die Farbstoffe, welche hierfür in Anwendung kommen (§ 6, 19—33), sind alle in heißem

Wasser löslich. Man löst so viel davon, daß die Fasern in einem Tropfen der stark gefärbten Flüssigkeit kaum sichtbar sind. Für einzelne Versuche fertigt man die Lösungen nach Bedarf auf dem Objektträger an, für häufig wiederkehrende Versuche wird man Farbstofflösungen vorrätig halten. Das Färben erfolgt in einzelnen Fällen bei gewöhnlicher Temperatur, meistens bei 80—90°. Eine Minute bei Siedhitze ist für lose Fasern vollauf ausreichend. Das Auswaschen geht ebenfalls schnell vonstatten. Um das Fortschwemmen der Fasern zu verhüten, schiebt man sie zu einem Häufchen zusammen und hält dieses mit dem flach angelegten Platindraht auf seinem Platze fest. Nachdem die Farblösung abgelaufen ist, läßt man die letzten Anteile derselben von einem doppelt gefalteten und glatt abgeschnittenen Streifen Filterpapier aufsaugen. Ebenso verfährt man mit den Waschwässern. Die ganze Arbeit ist auf dem Objektträger in höchstens fünf Minuten auszuführen. Für größere Proben (Fäden und Stoffproben) kann man Uhrgläser verwenden, die bei dem Auswaschen sehr angenehm sind. Kleine Abänderungen des Verfahrens (Zusätze von Essigsäure, von Natriumkarbonat, Natriumsulfat, Auswaschen mit verdünntem Ammoniak) sollen bei den einzelnen Farbstoffen erwähnt werden.

40. Basische Farbstoffe.

a) Basische Triphenylmethanfarbstoffe färben Seide, Rohjute und Holz stark, weniger stark färbt sich Wolle, aber wie die vorigen wasserecht. Verdünntes Ammoniak zieht einen Teil der Farbe ab. Hanf und unreine Zellstoffe (Sekundazellstoff) färben sich halbgebleicht. Gebleichte Zellstoffe, Baumwolle und gebleichter Flachs nehmen ebenfalls Farbe an, geben dieselbe jedoch schon an kaltes Wasser ab, dabei wird die Baumwolle vor dem Flachs gebleicht.¹⁾ Von den hierher gehörenden Farbstoffen sind Malachitgrün und Fuchsin am meisten zu empfehlen. Wenn die Wahl nicht durch Rücksicht auf bereits vorhandene oder später anzuwendende Farben beschränkt ist, verdient Malachitgrün wegen größerer Löslichkeit den Vorzug. Es löst sich schon bei gewöhnlicher Temperatur in reichlicher Menge, während Fuchsin warmes Wasser verlangt und bei dem Erkalten der Lösungen leicht in Gestalt von Flocken und Häuten ausfällt. Rein-

¹⁾ Espartofaser macht eine Ausnahme durch das fast niemals fehlende Vorkommen von einzelnen verholzten Faserzellen, welche wasserecht gefärbt werden. Vgl. 74, c.

lichkeit v. und v. sorgfältiges man Auswaschen sind bei dem Gebrauch von Fuchsins unerlässlich und man hat immer die Möglichkeit im Auge zu behalten, daß auch bei aller Sorgfalt zufällige Absätze von Farbstoff entstehen können.¹⁾ Wolle erfordert gelindes Erwärmen, und auch dann erweisen einzelne Haare (ausgefallene und kranke) sich wider-spenstig. Lösungen von Fuchsins oder Malachitgrün in Salzsäure werden leicht aufgenommen, aber nicht festgelegt. Das Festlegen erfolgt auf Zusatz von Natriumazetat, für Wolle unter Mitwirkung von Wärme. Man wendet diese Farbstoffe am besten unter Erwärmung und Zusatz von ein wenig Essigsäure an. Zuerst färbt sich die Seide, dann folgen Holz und Jute, zuletzt und am schwächsten wird Wolle gefärbt. Kali- und Natronlauge bewirken Entfärbung, Ammoniak verändert auf den Fasern festgelegtes Fuchsins in geringem Maße, während es aus Malachitgrün unter denselben Umständen die ungefärbte Base abscheidet. Der erste Zusatz von Ammoniak entfärbt nur die Wolle, Jute vollständig zu entfärben hält schon recht schwer, Seide pflegt eine blasse Färbung zu behalten. Bei dem Abdunsten des Ammoniaks stellt sich die Färbung wieder ein, vom Rande des Tropfens ausgehend.

b) Safranin und Methylenblau nehmen eine Sonderstellung ein, insofern sie Flachs und Baumwolle halbecht färben. Safranin löst sich schwer in kaltem, leicht in heißem Wasser auf. Man färbt damit in neutraler warmer Lösung, und hat dann nach dem Auswaschen mit kaltem Wasser auf Seide, Wolle, Holz und Jute dunkles Rosa, auf Baumwolle blasses violettlches Rot, auf Hanf und Flachs. Gelbrot, mit recht starkem Dichroismus (30). Über Kombinationsfärbung mit Safranin und Chrysophenin s. 48, d. — Methylenblau löst sich in Wasser fast ebenso willig wie Malachitgrün und hat wenig Neigung, zufällige Absätze zu bilden. In der neutralen oder schwach angesäuerten Lösung ist die Reihenfolge für das Anfallen dieselbe wie bei Malachitgrün. Will man möglichst starke Färbung auf Flachs haben, so setze man Ammoniak zu und vertreibe es durch Einengen. Methylenblau färbt Seide bei gewöhnlicher Temperatur, während Wolle ungefärbt bleibt. Hat man warm gefärbt, so ziehe man mit kaltem und danach zweimal mit heißem Wasser aus. Die Seide ist dann kornblumenblau, die Wolle blaßgrünlich geworden.

¹⁾ Leichter zu behandeln ist Rhodamin. Es färbt in neutraler und in schwach alkal. Lösung karmoisinrot, in saurer Lösung violettlich.

Ähnlichen Gegensatz, jedoch weniger stark, gibt Safranin und andere Farbstoffe des Ammoniumtypus. Die Färbung, welche Methylenblau auf Flachs hervorbringt, ist anderer Art, als die Färbung, welche Baumwolle in derselben Farbstofflösung annimmt. Der Flachs zeigt schwachen Dichroismus, welcher der Baumwolle abgeht. Wäscht man dunkelblaue Präparate mit reichlichem Wasser bei gewöhnlicher Temperatur aus, so verliert die Baumwolle mehr Farbe als der Flachs und zeigt alsbald einen Stich ins Grünliche. Bei Lampenlicht ist alsdann unter 60—80 facher Vergr. der Unterschied in der Färbung sehr auffallend. In durchfallendem Licht erscheint der Flachs nach wie vor blau, die Baumwolle hingegen in einem eigentümlichen, bald graulichen, bald bräunlichen Violett. Nasse Präparate zeigen die Erscheinung am besten. Durch anhaltendes Auswässern kann man es dahin bringen, daß die Baumwolle entfärbt wird, während der Flachs hellblau gefärbt bleibt (Fig. 20, Taf. I). — Bismarckbraun zeigt ähnliches Verhalten, gibt aber weniger Kontrast zwischen Flachs und Baumwolle.

41. Säurefarbstoffe. Während basische Farbstoffe vorzugsweise von Seide und Jute aufgenommen werden, eignen mehrere Säurefarbstoffe sich besonders zum Färben von Wolle. Sie werden in heißer angesäuerte Lösung angewendet, einige derselben (Fuchsin S, Säuregrün) verlangen einen ziemlich starken Zusatz von Schwefelsäure, um ihre volle Wirkung zu zeigen.¹⁾ Andererseits werden sie durch Alkalien leichter als basische Farbstoffe von den Fasern abgezogen.

Eosin (Kaliumsalz des Tetrabromfluoresceins) steht den basischen Farbstoffen recht nahe. Es färbt in warmer, mit wenig Essigsäure versetzter Lösung Seide und Wolle ziemlich gleich stark. Durch Ammoniak wird Jute fast ganz, Seide wird teilweise entfärbt. Ähnlich ist das Verhalten von Azofuchsin und Azosäureviolett. Sie vertragen ziemlich viel Salzsäure und erfordern dann nur mäßiges Erwärmen. Von Seide wird die Farbe durch Ammoniak bei gewöhnlicher Temperatur recht langsam, schneller in der Wärme abgezogen. Beständiger ist die Färbung durch Naphtolorange II (β -Naphtolorange), am beständigsten ist Croceinscharlach 7 B (Bayer). Der letzte Farb-

¹⁾ Diphenylaminorange (Orange IV) und Metanilgelb färben auch in alkalischen Lösungen, und zwar auf Fasern aller Art, echt auf Seide und Wolle, halbecht auf Baumwolle und Zellstoff.

stoff erfordert ein wenig Schwefelsäure, sie färbt Seide bei gewöhnlicher Temperatur leicht und gleichmäßig, Wolle schwierig und ungleich, leicht in der Wärme.

Sulfonierte Triphenylmethanfarbstoffe färben in stark sauren Lösungen schnell und intensiv. Das Rot von Fuchsin S wird durch Ammoniak schon bei gewöhnlicher Temperatur schnell und vollständig gebleicht, durch Kochen kommt es auf Wolle wieder zum Vorschein. Die größte Ungleichheit in ihrem Verhalten zu Wolle und zu Seide zeigen, ihrem ausgesprochenen sauren Charakter gemäß, die Nitrofarbstoffe und unter diesen wieder in erster Reihe die Sulfonsäuren der Nitroverbindungen. Sehr zu empfehlen ist das Naphtolgelb S (Kaliumsalz der Dinitro- α -Naphtolsulfonsäure) in heißer, mit wenig Säure versetzter Lösung. Es bringt auf Wolle ein sattes Zitrongelb hervor, welches heißes Wasser und selbst verdünntes Ammoniak verträgt. Heißes Wasser zieht von Jute und Seide den größten Teil der Farbe ab, der Rest kann durch Erwärmen mit verdünntem Ammoniak weggenommen werden, wobei Wolle eine lebhaft gelbe Farbe behält. Will man nach dem Naphtolgelb Croceinscharlach anwenden, so braucht das Auswaschen nicht so weit getrieben zu werden. Über diese Kombinationsfärbung vgl. § 48, a. Mit Pikrinsäure an Stelle von Naphtolgelb S fällt der Gegensatz von Wolle und Seide weniger stark aus.

Allen Säurefarbstoffen kommt die Besonderheit zu, daß sie, trotz ihrer Haltbarkeit auf Wolle, dieselbe bei gewöhnlicher Temperatur sehr langsam und schwach färben, während Holz, Jute und Seide bei gewöhnlicher Temperatur reichliche Mengen von Farbstoff aufnehmen. Sogar Hanf kann bei gewöhnlicher Temperatur stärker gefärbt sein als Wolle (besonders auffallend mit Azo-Säureviolett). Bei Siedhitze wird das Verhältnis umgekehrt, es werden alsdann alle anderen Farbstoffe durch die Wolle überholt.

42. Salzfarbstoffe (Benzidinfarbstoffe). Eine besondere, für die Unterscheidung von Faserstoffen sehr wichtige Gruppe machen die sogenannten Benzidinfarbstoffe aus, Alkalosalze der Sulfonsäuren von Polyazoverbindungen, als deren ältester Vertreter das Kongorot hingestellt werden kann. Während die Säurefarbstoffe in saurer Lösung anzuwenden sind und vorzugsweise animalische Fasern färben, fallen Kongorot und seine Verwandten aus neutralen oder schwach alkalischen Lösungen unter Mitwirkung von Alkalosalzen vorzugsweise auf

Baumwolle, Flachs, Hanf und Zellstoff an.¹⁾ Die Färbung erfolgt auf Zusatz von Natriumkarbonat und Natriumsulfat bei gewöhnlicher Temperatur, durch Erwärmung wird sie beschleunigt und verstärkt. Einzelne Farbstoffe dieser Gruppe fallen aus alkalischer Lösung auch auf Seide und Wolle an (Diazobraun G, Benzograu B), mehrere erhalten diese Eigenschaft, wenn sie in saurer Lösung angewendet werden (Deltapurpurin, Tuchrot, Chrysophenin, Diazoblauschwarz, Benzoschwarz S). — In schwach alkalischer Lösung können Benzidinfarbstoffe an Stelle von Chlorzinkjodlösung verwendet werden, wenn man Dauerpräparate zu haben wünscht. Den größten Wert haben sie für die Unterscheidung von Papierfasern. Bei der Untersuchung von Gespinsten und Geweben dienen sie, um Baumwolle, Flachs und Hanf eine charakteristische Farbe zu geben. Baumwolle färbt sich mit Flachs, und auch Hanf²⁾), letzterer jedoch weit stärker. Jute schließt sich mit Holzschliff der Wolle und Seide an. Durch zweckmäßige Mischung von zwei und drei Farbstoffen können Jute und Holz gesondert hervorgehoben werden, auch durch Nachbehandlung mit Holzstoffreagentien (Naphylamin, Phenylendiamine) kann man diesen Zweck erreichen. Man bringt zu dem Ende ein Körnchen der neutral reagierenden Chlorhydrate auf die flüchtig ausgewaschene, stark angefeuchtete Probe, mengt durch Umwenden und Drücken mit einem Platindraht und wäscht nach einer Minute aus. Jute und Holz haben alsdann ihre Farbe geändert, während die übrigen Fasern nicht beeinflußt sind.

Für Rot sind Kongorot und Kongorubin zu empfehlen. Ersteres gibt Scharlach, letzteres ein dunkleres, in das Purpurlarbene spielendes Rot. Daneben ist Benzopurpurin zu nennen, welches besonders leicht und stark auf Flachs anfällt. Es ist weniger löslich als die Kongofarben und bildet leicht flockige Niederschläge. Benzoorange ist ebenso leicht zu behandeln wie Kongorot. Brillant-

¹⁾ Wolle kann ein abnormales Verhalten zu Benzidinfarbstoffen annehmen, wenn sie mit ungebleichten Pflanzenfasern in alkalischen Flüssigkeiten erwärmt wird. Sie wird gleichsam vegetabilisiert, wie Pflanzenfasern durch Aufnahme von Fibrin oder Eiweiß animalisiert werden. Am stärksten wirkt Kochen mit Holz, weniger stark Kochen mit Hanf oder Jute. Solche vegetabilisierte Wolle zieht Benzidinfarbstoffe ebenso stark an wie Baumwolle, und diese Eigenschaft wird ihr durch wiederholtes Auskochen mit Säuren und Alkalien nicht entzogen.

²⁾ Unterscheidung durch Dichroismus, s. § 30.

purpurin Rv fällt besonders leicht auf Zellstoffen an, aus neutraler Lösung.

Gelb kann man mittels Chrysophenin erhalten. In alkalischer Lösung färbt es zitrongelb, langsam bei gewöhnlicher Temperatur, schneller in der Wärme. Essigsäure färbt eine Lösung von Chrysophenin in heißem Wasser orangegelb, Salzsäure und Schwefelsäure bewirken einen violetten Niederschlag, welcher sich bei Siedhitze mit gelber Farbe löst. Saure Lösungen von Chrysophenin färben dunkelgelb, und zwar alle Fasern, Wolle und Seide eingeschlossen. Chrysamin und Thiazolgelb sind für die hier verfolgten Zwecke weniger geeignet. Tuchorange färbt okergelb, Tuchbraun G färbt gelblich braun. Beide zeichnen sich durch leichtes Anfallen und festes Haften auf Zellstoff, Flachs und Baumwolle aus. Tuchbraun hat den Übelstand, pulvrige, schwerlösliche Niederschläge zu bilden. Für Braun ist Benzobraun empfehlenswerter. Es ist, mit Zusatz von wenig Natriumkarbonat und Natriumsulfat, leicht zu behandeln. Jute wird gelbbraun, Hanf, Flachs und Baumwolle rötlichbraun, Wolle und Seide blaßgelb gefärbt. Eigentümlich ist die Wirkung von Diazobraun G. Mit Zusatz von Natriumkarbonat färbt die heiße wässrige Lösung Wolle und Seide gelb, Holz und Jute gelbbraun, Hanf und Flachs schmutziggrau, bald ins Bräunliche, bald ins Bläuliche spielend (dichroitisch, vgl. § 30), Baumwolle und Zellstoff in blaugrauen Farbenton. Es unterliegt wohl keinem Zweifel, daß man hier, und ebenso bei dem sich ähnlich verhaltenden Benzograu, nicht mit homogener Substanz zu tun hat.

Lebhaftes violettlches Blau, auf Hanf und Flachs mit starkem Dichroismus, erhält man mit Benzoazurin. Der Farbstoff löst sich ebenso leicht wie Kongorot, wird aber nicht so willig durch Pflanzenfasern aufgenommen, doch kann man leicht mit Natriumkarbonat und Natriumsulfat nachhelfen. Bei dem Erwärmten mit Natriumkarbonat färbt eine Lösung von Benzoazurin in Wasser sich vorübergehend blutrot. Für Dunkelblau kann man Diazoschwarz, Viktoriaschwarz oder Benzoschwarz S nehmen. Diazoschwarz färbt in alkalischer Lösung Zellstoff dunkelblau, Flachs und Baumwolle graulich blau. Wird Diazobraun zugefügt, so erhalten Seide, Wolle und Jute gelbe und bräunliche Farbenton (Fig. 30, Taf. III). Die blauen Salzfarbstoffe fallen zuerst, und mit besonders reiner Farbe, auf Zellstoff an. Sie können auch in saurer Lösung angewendet werden und geben

54 Gang der Untersuchung von Gewebefasern, Fäden u. Geweben.

alsdann auch auf Baumwolle und Flachs reines Blau; zugleich werden Seide, Wolle und Jute gefärbt, schmutzig rot durch Diazoschwarz, violett durch Benzoazurin.

Zweiter Abschnitt.

Gang der Untersuchung von Gewebefasern, Fäden und Geweben.

43. *Einteilung nach dem Material.* Die Untersuchung von ungefärbten Gespinsten und von Fäden, die aus ungefärbten Geweben ausgezogen sind, läßt sich in der Mehrzahl der Fälle auf die Erkennung loser Fasern von einerlei Beschaffenheit zurückführen, weil nur ausnahmsweise Vermengung mehrerer Faserstoffe vor dem Spinnen statthat. Dasselbe gilt von Farben, die selten auf benachbarten Fasern eines Fadens regellos gemengt vorkommen. Wohl kommen in einzelnen Arten von Geweben (Cheviot, Loden) Gemenge verschieden gefärbter Fasern zur Anwendung, aber es handelt sich dabei stets um eine Auswahl von zwei oder drei zusammenstimmenden Farben, so daß man nicht hellgrüne neben hochroten, orangefarbene neben blauen Fasern antreffen wird. Mit Gemengen verschiedenartiger und verschieden gefärbter Fasern kann man zu tun haben, wenn durch Aufrauhen und Scheren von Geweben Proben genommen sind, ebenso in Scherwolle von Tuchfabriken und in Kunstwolle und Kunstseide (Shoddy), die am Schlusse dieses Abschnittes kurz besprochen werden soll. Eine besondere Behandlung erfordern dunkel gefärbte Fäden, weil dieselben durch Entfärbung für die Untersuchung vorbereitet werden müssen. Auch dieser Gegenstand soll am Schlusse des Abschnittes berücksichtigt werden.

44. Voruntersuchung.

a) Lose Fasern von beträchtlicher Länge fasse man zu einem kleinen Bündel zusammen, schneide ein Ende desselben scharf ab und mache etwa 2 mm hinter dem ersten einen zweiten Schnitt. Die hierbei fallenden kurzen Abschnitte werden in einem Tropfen Wasser verteilt. Ebenso verfährt man mit weißen oder lichtgefärbten Fäden. Liegen von ungefärbten oder lichtfarbigen Geweben Probestreifen vor, so ziehe man an zwei zusammenstoßenden Schnittkanten je zwei oder

drei Fäden aus, wodurch Einschuß und Kette auf eine Länge von 1,5—2 mm freigelegt werden. Von diesen freigelegten Enden nimmt man alsdann mittels einer scharfen Schere Faserproben von der angegebenen Länge. Man darf darauf rechnen, daß die Einschußfäden gleichartig sein werden, während die Kettenfäden von wechselnder Beschaffenheit sein können.

b) Die Appretur von Geweben enthält fast immer als Hauptbestandteil Stärke, daneben Pflanzenschleim, Fette, hin und wieder auch Ton, als Verdickungs- und Beschwerungsstoff. Man prüft auf dieselbe mit einer stark verdünnten (blaßgelben) Lösung von Jod und Kaliumjodid, welche auf dem appretierten Gewebe einen blauen Fleck hervorbringt. Um Appretur und Fett zu entfernen, kochte man die Faserabschnitte etwa zwei Minuten lang mit einer zehnprozentigen Lösung von Natriumkarbonat und wasche mit kaltem Wasser aus. Färbt sich das Gewebe nach Entfernung der Appretur noch mit blaßgelber Jodlösung blauviolett, so überzeuge man sich unter dem Mikroskop von der Färbung der Fasern. Ist diese eine gleichmäßige leicht blauviolette, so hat man mit cotonisierter Ramie zu tun (vgl. § 36). Die Dicke und Länge der Fasern sind dabei noch nähere Kennzeichen.

c) Etwa 0,1 mm³ der feuchten Fasern werden, in einem flachen Wassertropfen ausgebreitet, unter das Mikroskop gebracht. In gewöhnlichem Licht kann bei 60—80 facher Vergrößerung Wolle an dem schuppigen Bau (8, Fig. 1), Baumwolle an der Schraubenwindung der flachen Fasern (10, Fig. 3) und an dem Silberglanz in auffallendem Licht erkannt werden. Ferner können dicke, längsgestreifte Bündel einen Fingerzeig auf Hanf und Jute geben. Man gehe zur Voruntersuchung in polarisiertem Licht, zwischen gekreuzten Nikols, über.

d) Hierbei ist dreierlei ins Auge zu fassen: 1. die relative mittlere Dicke der Fasern — Woll-, cotonisierte Ramie- und Hanffasern sind etwa doppelt so dick, Seidenfasern sind um ein Drittel dünner als Baumwollfasern; 2. die Polarisationsfarbe, welche auf stark polarisierenden Fasern der zweiten Ordnung angehört, während schwach polarisierende Fasern Farben von Hellgrau bis Gelb erster Ordnung zeigen; 3. die Gleichmäßigkeit der Färbung.

1. Dicke Fasern.

1 a. Schwach polarisierend: Wolle, Manilafaser.

1 b. Stark polarisierend: Hanf, Jute, cotonisierte Ramie.

56 Gang der Untersuchung von Gewebefasern, Fäden u. Geweben.

2. Dünne Fasern

2 a. Schwach polarisierend.

a a. Gleichmäßig gefärbt: Echte Seide.

b b. Ungleichmäßig gefärbt: Baumwolle.

2 b. Stark polarisierend.

a a. Gleichmäßig gefärbt: Flachs.

b b. Ungleichmäßig gefärbt: Exotische Seide.

Zwischen 1 a und 2 a fällt Phormiumfaser.

Die Erläuterung zu dieser Aufstellung suche man unter den in §§ 8—14 angegebenen Dickenmaßen und in der am Schlusse von § 28 gegebenen Übersicht der Polarisationsfarben.

45. Gruppenteilung für Färbungsversuche. Um nach Maßgabe des Befundes der Voruntersuchung Versuche mit Farbstoffen in zweckmäßiger Auswahl machen zu können, müssen die Fasern nach ihrem Verhalten zu Farbstoffen in Gruppen geteilt werden. Als Grundlage für die Einteilung ist das Verhalten zu Malachitgrün und zu Kongorot gewählt worden.

Gruppe A. Durch Malachitgrün wasserecht gefärbt.

Hierher gehören von Gewebefasern: Seide, Wolle und Jute.

A a. Durch aromatische Amine nicht umgefärbt: Seide, Wolle.

A b. Durch Amine umgefärbt: Jute.

Gruppe B. Durch Malachitgrün halbecht gefärbt.

Hanf, Manilafaser.

B a. Stark polarisierend: Hanf.

B b. Schwach polarisierend: Manilafaser, Phormiumfaser.

Gruppe C. Unecht mit Malachitgrün, vollständige Umfärbung durch Benzidinfarbstoffe.

Hierher gehören Baumwolle und Flachs.

C a. Schwach polarisierend: Baumwolle.

C b. Stark polarisierend: Flachs, cotonisierte Ramie.

In B und C kommt nach Anwendung von Benzidinfarbstoffen neben der Polarisation der Dichroismus als unterscheidendes Kennzeichen zu Hilfe; stark dichroitisch: Hanf, cotonisierte Ramie und Flachs, wenig dichroitisch: Baumwolle und Manilahanf.

Läßt der ~~Befund der Voruntersuchung~~ auf Fasern der Gruppen A oder B neben Fasern der Gruppe C schließen, so ist zuerst Malachitgrün und nach dem Auswaschen Kongorot oder Kongorubin anzuwenden. Niemals darf ein Triphenylmethanfarbstoff nach einem Benzidinfarbstoff angewendet werden, weil viele Benzidinfarbstoffe als Beizen für basische Farbstoffe wirken.

46. Ausführung der Färbung mit Malachitgrün und Kongorot.

a) Zu der Probe, welche für die Voruntersuchung gedient hat, bringe man einige Stäubchen Malachitgrün und ein wenig Essigsäure, erwärme bis zum Aufkochen, wobei man Sorge tragen muß, Rand säume von Farbstoff nicht bestehen zu lassen, sondern dieselben mit dem Platindraht in der heißen Flüssigkeit wieder in Lösung zu bringen. Nach dem Erkalten wird die Farblösung abgesaugt und zum Auswaschen geschritten, einmal mit heißem, ein zweites Mal mit kaltem Wasser. Mikroskopische Besichtigung wird jetzt Fasern der Gruppen A und B stark, Fasern von Gruppe C schwach grün gefärbt zeigen.

b) Für den zweiten Färbeversuch wird ein wenig Kongorot oder Kongorubin mit einem Körnchen Natriumkarbonat in heißem Wasser zu einer stark roten, aber noch durchsichtigen Flüssigkeit gelöst, und diese in lauwarmem Zustande zu den grün gefärbten Fasern gebracht. In weniger als einer Minute ist die Umfärbung der Fasern von Gruppe C vollendet. Hanf wird buntfarbig, mit unreinen Mischfarben von Grün, Blau und Violett; Manilahanf steht auf der Grenze von Gruppe B und A, zerfaserte Partien werden rot, ebenso das meistens reichlich vorhandene Bastparenchym, während dichte Faserbündel das Grün festhalten. Ist die Reaktion in Gruppe B zweifelhaft, so kann sie durch gelindes Erwärmen beschleunigt und verstärkt werden. In Gruppe A bleibt das Grün unverändert, wenn die Jute gut gereinigt ist. Anhängende Parenchymzellen, welche die Querstreifung verursachen, welche auf vielen Fasern von Jute zu finden ist, werden stark rot gefärbt (Fig. 24, j; Taf. II).

47. Weitere Unterscheidung der einzelnen Faserstoffe. Zu weiterer Unterscheidung sind Polarisationserscheinungen und daneben deutlich ausgeprägte Eigentümlichkeiten des Gefüges heranzuziehen. Außerdem stehen für einzelne Fälle noch spezifische Färbungsreaktionen zur Verfügung. Wolle ist durch schwache und sehr gleichmäßige Polarisation bei ansehnlicher Dicke ($30-50 \mu$) und

durch das schuppige Gefüge gekennzeichnet, welches durch die Färbung an Deutlichkeit gewinnt. Manilahanf hält das Malachitgrün fast ebenso fest, wie Jute, polarisiert aber viel weniger stark (einzelne Fasern grau bis weiß, Faserbündel gelb bis rot) und wird durch Naphtylamin und die Phenylendiamine viel weniger gefärbt. Beide sind nach Färbung mit Kongorot durch die Prüfung auf Dichroismus leicht von Hanf zu unterscheiden, welcher stark dichroitisch wird, während Kongorot auf Jute schwachen, auf Manilafaser gar keinen Dichroismus hervorbringt. Außerdem bringt die Färbung die Verschiebungen (Knoten), welche Hanf und Flachs eigentümlich sind, und die Ungleichmäßigkeit des Hohlraums von Jutezellen recht gut zur Anschauung. Ist das Auswaschen des Malachitgrüns und die Färbung mit Kongorot nicht zu weit getrieben, so sieht man in den rot gefärbten, stark dichroitischen Fasern von Flachs eine feine grüne Mittellinie, verursacht durch die wasserechte Färbung von eingetrocknetem Protoplasma, welches in dem engen Hohlraum von Flachs gewöhnlich, in Hanf selten und dann auch nur spärlich vorhanden ist. Auf dieselbe Weise entsteht ein breiterer schwach grünlicher Mittelstreifen, welchen man unter günstigen Verhältnissen in Baumwollfasern und öfter in Manilafasern wahrnimmt. Die Ramiefaser ist durch die sehr starke Polarisation, ihre Dicke, die Breite des Hohlraumes und besonders durch die blauviolette Färbung mit verdünnter Jodlösung genügend gekennzeichnet.

48. Besondere Reaktionen.

a) Zu weiterer Zerlegung von Gruppe A kann Kombinationsfärbung mit Naphtolgelb S und Croceinscharlach herangezogen werden. Man färbe eine Probe der gemengten Fasern in einer heißen Lösung von Naphtolgelb S, unter Zusatz von ein wenig Schwefelsäure und wasche mit heißem Wasser aus. Hierbei verblaßt die gelbe Farbe auf Seide, Jute und Manilafaser. Läßt man eine zweite Färbung mit einer kalten Lösung von Croceinscharlach 7BN und einem ziemlich starken Zusatz von Schwefelsäure folgen, so wird zuerst die Seide, später Jute und Manilahanf rot gefärbt, während Wolle ihr Zitronengelb lange unverändert behält. Durch behutsames Ausziehen mit verdünntem Ammoniak können Jute und Manilafaser gebleicht und schließlich kann die Jute mit m-Phenylendiaminchlorhydrat gefärbt werden. Man hat alsdann: Wolle zitrongelb, Seide karmoisinrot, Jute bräunlich, Manilafaser blaßrot, die übrigen Fasern der Gruppen B

und C farblos.¹¹ Die Bilder sind von vorzüglicher Schärfe, mit starken Gegensätzen (Fig. 25, Taf. II).

b) Um Jute neben Hanf hervorzuheben, kann Färbung mit Naphtylamin oder Phenylendiamin angewendet werden, welche auf Jute eine viel dunklere Farbe hervorbringen als auf Hanf, oder die in 36 beschriebene Färbung mittels Chlor und Ammoniak. Jute wird blutrot oder rotbraun, Hanf hellgelb. Die Reaktion fällt gut ins Auge, sie ist zuverlässig und recht empfindlich, aber auch recht vergänglich. Man muß ein beträchtliches Übermaß von Ammoniak anwenden, und nach Zusatz desselben sogleich unter schwacher Mikroskopvergrößerung oder mit einer starken Lupe beobachten, da nach einer Minute nur noch wenig zu sehen ist. Um mit Farbstoffen denselben Zweck zu erreichen, färbe man zuerst recht stark mit Malachitgrün, und nach zweimaligem Auswaschen mit Kongorot und wenig Natriumkarbonat. Die zweite Färbung wird, unter gelindem Erwärmern, fortgesetzt, bis einzelne Fasern buntfarbig werden. Ist sie zu weit gegangen, so daß auch Jute bunt und mißfarbig geworden ist, so kann man sich dennoch durch Prüfung auf Dichroismus helfen, welcher auf Jute sehr schwach ausfällt (Fig. 23, Taf. II).

c) Um Hanf und Flachs durch Färbung zu unterscheiden, kann man in derselben Weise zu Werke gehen. Benzopurpurin 10B, welches besonders leicht auf Flachs anfällt, ist für diesen Versuch Kongorot und Kongorubin vorzuziehen. Man darf das Auswaschen des Malachitgrüns nicht zu weit treiben und muß darauf achten, die zweite Färbung, welche bei gewöhnlicher Temperatur oder mit sehr gelindem Erwärmern vor sich geht, rechtzeitig zu unterbrechen, erhält dann aber auch von ungebleichten Fasern noch gute Präparate, welche die grüne Mittellinie im Flachs sehr gut sehen lassen (Fig. 22 a, Taf. I).

d) Für unterscheidende Färbung von Flachs und Baumwolle kann Safranin oder Methylenblau (40) angewendet werden. Recht augenfällige Wirkung ist durch Kombinationsfärbung mit Safranin und Chrysophenin zu erzielen (Fig. 21, Taf. I). Zunächst werden alle Fasern der Probe in einer heißen neutralen Lösung von Safranin dnnkelrosa gefärbt, hiernach folgt Auswaschen mit kaltem Wasser, bis der letzte Tropfen nahezu farblos abläuft. Die zweite Färbung erfolgt bei gewöhnlicher Temperatur in einer mit ein wenig Natriumkarbonat versetzten Lösung von Chrysophenin. Wird dieselbe ent-

~~färbt, so muß Farblösung zugesetzt werden.~~ Das Färben wird beendet, wenn einzelne Fasern rein gelb geworden sind. Man hat alsdann: Wolle und Seide karminrot, Jute und Manilafaser scharlach, Hanf und Flachs ziegelrot, Baumwolle gelb, der Hohlraum oft rötlich getüpfelt. Für weitere Prüfung ist man auf Polarisationsfarben angewiesen, da der Dichroismus der Flachsfaser durch die zweite Färbung verwischt ist (Achsenfarbe mit Safranin rot, mit Chrysophenin lebhaft gelb, Basisfarbe mit Safranin orangegegelb, mit Chrysophenin blaßgelb). Andere Methoden sollen unter 53, d, Untersuchung von Halbleinen, abgehandelt werden.

49. *Gemischte Farbstofflösungen.* Es lassen sich Mischungen von Farbstofflösungen herstellen, mit welchen man in ähnlicher Weise arbeiten kann, wie mit Chlorzinkjodlösung. Wegen größerer Haltbarkeit und sicherer Wirkung verdienen alkalische Farbstofflösungen den Vorzug.

a) Ein für orientierende Versuche geeignetes Reagens erhält man durch Auflösen einer Mischung von 1 Teil Diphenylaminorange (Orange IV), 1 T. Diazobraun G und 2 T. Kongorubin in heißem Wasser. Die Probe wird nach 44, a und b vorbereitet, der Probetropfen mit dem Reagens blaßrot gefärbt und ein Körnchen Natriumkarbonat zugefügt. Die Wirkung zeigt sich zuerst (nach einer halben Minute) auf Jutefasern, welche bräunlichgelb gefärbt werden. Ein stärkerer Zusatz von Natriumkarbonat wirkt beschleunigend, noch mehr tut dies ein Zusatz von Natriumsulfat. Nach leichtem Erwärmen findet man Jute braungelb, Seide und Wolle hellgelb, Hanf rosenrot. Nach Erwärmen auf 100° und Zusatz von Natriumsulfat: Seide und Wolle dunkelstrohgelb, Jute rostfarbig, Hanf dunkelrot Flachs und Baumwolle blaßrot (Fig. 27, Taf. II); auf Hanf und Flachs starker Dichroismus.

b) Mit blauen Farbstoffen kann man geeignete Mischungen herstellen von Orange IV, Benzobraun und Benzoazurin, oder:

c) Orange IV, Diazobraun und Diazoblauschwarz. In derselben Weise angewendet, wie die erstgenannte Lösung, färben sie Seide und Wolle dunkelstrohgelb, Jute braun, Hanf dunkelblau, Flachs und Baumwolle blaßbräunlichgrau oder blaugrau (Fig. 28, Taf. II), wiederum mit starkem Dichroismus auf Hanf und Flachs. Diese Lösungen sind besonders geeignet für die Untersuchung von Papierfasern. Bei ihrer Anwendung sind beschleunigende Mittel zu Anfang des Färbens mit

Vorsicht ~~wird erstmals~~ gegen Ende desselben in größerem Umfang herbeizuziehen, da sonst das Bild durch pulvige und flockige Niederschläge verdorben werden könnte.

50. Nachweis kleiner Beimengungen von einigen Faserstoffen.

a) Es liegt vor der Hand, für die Lösung dieser Aufgabe auflösende und zerstörende Reagentien zu versuchen, z. B. Wollfasern durch Kupferoxydammoniak von Baumwolle zu trennen, und in wollenen Stoffen beigemengte Baumwolle zu suchen, nachdem man die Wolle durch Kochen mit Lauge oder mit Salpetersäure und Kaliumchlorat zerstört hat. Macht man den Versuch, dies Verfahren auf Gemenge von Pflanzenfasern mit 10% Wolle und von Wolle mit 10% Baumwolle anzuwenden, so wird man unangenehm überrascht durch die schleimige Beschaffenheit der Lösungen, welche nur mit vieler Mühe von den gequollenen Fasern zu trennen sind. Wo es irgend angeht, wird man zu Färbungsmitteln greifen und Lösungsmittel nur als Notbehelfe heranziehen. Man färbe in Uhrgläsern, um eine größere Menge von Material in Arbeit nehmen zu können, welches man nach dem Auswaschen in einem großen Tropfen auf einem Objekträger ausbreitet.

b) Wolle und Seide neben Pflanzenfasern. Am schnellsten kommt man mit Säurefarbstoffen zum Ziel. Man setze Schwefelsäure bis zu stark saurer Reaktion zu, färbe den Probetropfen mit einem Gemisch gleicher Teile von Orange II und Croceinscharlach blaßrosa und kochte mehrmals auf. Das Anfallen kann durch Zusatz von Natriumsulfat befördert werden. Der Farbstoff häuft sich vorwiegend auf Seide und Wolle an und färbt diese orangerot bis feuerrot. Jute wird rostfarbig; sie kann nachträglich durch Naphtylamin oder m-Phenylendiamin umgefärbt werden.

c) Gilt es, Baumwolle neben größeren Mengen von Wolle oder Seide nachzuweisen, so kann das Reagens 49, b benutzt werden. Man färbe den Probetropfen licht bräunlich, setze Natriumkarbonat zu, kochte auf, mache einen kleinen Zusatz von Natriumsulfat und kochte nochmals auf. Wolle und Seide werden gelb, Baumwolle wird blaugrau gefärbt.

d) Flachs, Hanf und Baumwolle neben viel Jute. Durch Erwärmung mit Dimethyl-p-Phenylendiaminsulfat bis zum Eintrocknen und Zufügen von Wasser kann Jute dunkel bräunlichrot gefärbt werden, Hanf blaßrötlich. Oder man färbt, unter Zusatz von Natrium-

~~karbonat~~ mit einer heißen Lösung von Orange I und Diazoblau-schwarz, in solchem Verhältnis, daß eine grauliche Flüssigkeit entsteht. Statt dieser Lösung können die Reagentien b und c, § 49, angewendet werden, und zwar in derselben Weise wie soeben unter c angegeben wurde. Man erhält die Jute braun, Hanf schwärzlichblau, Flachs und Baumwolle graublau gefärbt.

51. Ältere Prüfungsmethoden für Fäden. Unter Kaufleuten sind mehrere Prüfungsmethoden für Fäden in Gebrauch, welche teils auf chemischen, teils auf physischen Eigenschaften der Fasern beruhen, aus welchen die Fäden gedreht sind.

a) Von den ersteren ist vor allen die Prüfung mit konzentrierter Schwefelsäure zu nennen, von Kindt und Lehnerdt (1846) für die Erkennung von Baumwolle neben Flachs angegeben, von R. Schlesinger auch für den Nachweis von Seide neben Wolle empfohlen. Die Schwefelsäureprobe ist in ihrer Anwendung auf Flachs und Baumwolle etwas umständlich, da sie zu sicherem Gelingen vollständige Entfernung der Appretur durch wiederholtes Auskochen und Trocknen voraussetzt. Die gereinigten und getrockneten Fäden werden eine oder zwei Minuten lang (je nach ihrer Dicke) in konzentrierte Schwefelsäure getaucht und hiernach mit Wasser und mit verdünntem Ammoniak gewaschen, wobei Baumwollfäden verschwinden. Jedoch wird auch der Flachs angegriffen, und schon der Zusatz: „je nach Dicke der Fäden“ gibt zu denken. Bei einiger Aufmerksamkeit und Übung ist dies Prüfungsverfahren brauchbar, mit Fäden von sehr ungleicher Dicke muß es zu Irrungen führen, und auch mit Fäden aus gemischten Fasern, die indessen im Handel nicht vorzukommen scheinen. — Seide zerfließt recht schnell in konzentrierter Schwefelsäure, während Wolle rissig und aufgetrieben wird, aber sich nicht löst. Die Prüfung ist ganz tunlich, wir haben indessen an konzentrierter Salzsäure und an Nickeloxydulammoniak bessere Lösungsmittel für Seide.

b) Die Kaliprobe (Kochen mit ziemlich konzentrierter Lauge) wird hin und wieder zur Unterscheidung der Wolle von Baumwolle und Flachs angewendet, nach Böttger soll sie auch dienen können, Flachs, welcher dunkelgelb gefärbt wird, von Baumwolle zu unterscheiden. Auf Wolle angewendet gibt die Kaliprobe recht hartnäckige Quellungsprodukte und schließlich eine dicke, schleimige Lösung; Flachs kann allerdings durch heiße Lauge dunkelgelb gefärbt

werden, ~~wie w. Klinckowber~~ nicht, wenn der Flachs in genügendem Maße gebleicht ist.

c) Die Färbepröben mit Krapptinktur und Kochenilleauszug (Elsner) beruhen auf der Anwesenheit von Holzstoff in Flachs. Sie können bei weitgetriebener Bleichung versagen.

d) Auf einer physischen Eigentümlichkeit, der sperrigen Beschaffenheit von Baumwollfäden, beruhen zwei häufig angewendete Prüfungsmethoden, die Verbrennungsprobe von Stöckhardt und die Ölprobe von Frankenstein. Zündet man einen Baumwollfaden und einen Leinenfaden an und bläst die Flamme sogleich aus, so sieht man das versengte Ende des Baumwollfadens pinsel förmig ausgespreizt, während das Ende des Leinenfadens in glatter, zusammenhängender Form verkohlt ist. Ein ähnlicher Unterschied zeigt sich in dem Verhalten verbrennender Fäden von Wolle und Seide, welche dabei den unangenehmen Geruch von versengtem Horn verbreiten. Dies Prüfungsverfahren zeichnet sich in vorteilhafter Weise durch Schnelligkeit und Einfachheit aus, auch ist es von der Färbung fast unabhängig, erfordert aber einige Übung und Erfahrung seitens des Beobachters.

e) Dasselbe kann von der Ölprobe gesagt werden, welche vielfach zur Unterscheidung von Leinen und Halbleinen angewendet wird. Die Fäden werden mit einem fetten Öl (Olivenöl, Rüböl) getränkt, und durch Aufdrücken von Filtrerpapier von dem Übermaß des Öls befreit. Hierbei tritt ein Zeitpunkt ein, in welchem die Baumwollfäden undurchsichtig werden und durch weißlichen Glanz recht stark von den glanzlosen dunkelfarbigen durchscheinenden Flachsäden abstechen. Durch Färbung gewinnt die Ölprobe an Gegensatz, wenn die Farbe nicht allzu dunkel ist. Die Beobachtung wird alsdann in durchgehendem Licht gemacht, wobei die Leinenfäden stark gefärbtes Licht durchlassen, während die wenig durchscheinenden Baumwollfäden schwärzlich aussehen. Das Gelingen hängt wesentlich von der Aufmerksamkeit des Arbeitenden ab, welcher das Absaugen des überschüssigen Öls im rechten Augenblick unterbrechen muß.

52. *Neue Prüfungsmethoden für Fäden.* Es ist zu versuchen, auf der Grundlage der Verbrennungsprobe und der Ölprobe mit Heranziehung chemischer Hilfsmittel weiterzubauen.

a) Das einfachste Verfahren besteht in Erwärmern mit verdünnter Salpetersäure bis zum Eintrocknen. Hierbei werden die

~~Viele~~ ~~meisten~~ Farbstoffe zerstört, Wolle und Seide (auch Jute) werden gelb gefärbt, die Seidenfasern verkürzen sich und nehmen bis zum Drei-fachen an Dicke zu. Kurz vor dem Eintrocknen geraten Wollfäden in gewaltsame Bewegung, ihre Fasern spreizen sich und rollen sich zu Ringen und Spiralen, auf welchen die charakteristischen Schuppen vortrefflich zu sehen sind. Bei wenig erhöhter Temperatur beginnt die Spreizung der Enden von Baumwollfäden, ohne Rollung und ohne auffallende Bewegung der Fäden. Leinenfäden bleiben unverändert, ebenso verändert Jute ihre Form nicht.

b) Nach dem, was bei Besprechung der Ölprobe (51, e) über das Verhalten farbiger Fäden gesagt ist, liegt es nahe, die Färbung mit Methylenblau auszunutzen. Durch anhaltendes Auswaschen wird Methylenblau von Baumwollfasern fast vollständig abgezogen (40, b), während Flachsfasern hellblau gefärbt bleiben (Fig. 20, Taf. I). Über das Verhalten von Methylenblau zu Wolle und Seide s. S. 49. An Fäden wird dieses ungleiche Verhalten durch den Gegensatz zwischen der sperrigen Beschaffenheit der Baumwollfäden und dem dichten Gefüge der Leinenfäden noch mehr zur Geltung gebracht. Man färbt dunkelblau, wäscht in reichlichem Wasser aus, bis die Baumwollfäden stark abgeblaßt sind und trocknet, zuerst mit Filtrerpapier, weiterhin bei gelinder Wärme. Der Gegensatz gewinnt durch Trocknen und kann durch Anwendung der Ölprobe noch gesteigert werden. Nach dem Ölen erscheint die Baumwolle in durchgehendem Licht blaßgrünlich, die Leinenfäden dunkelblau. Auch nach lange fortgesetztem Auswaschen, wobei Baumwollfäden fast farblos werden, halten Leinenfäden im Innern das Methylenblau fest, und zeigen dann einen dunkelblauen Mittelstreif, mit blassem Blau gesäumt.

53. Prüfungsmethoden für Gewebe.

a) Von älteren Prüfungsmethoden sind zu erwähnen: die Kaliprobe, die Schwefelsäureprobe und die Olprobe. Die Anwendung dieser Methoden auf Fäden ist unter 51 besprochen, und es ist hier nur noch anzumerken, daß die Quellungen, welche starke Lauge und konzentrierte Schwefelsäure hervorbringen, in Geweben in stärkerem Maße störend sind als an losen Fäden.

b) Für diese und auch für die nachfolgenden Prüfungsmethoden werden die Probeläppchen, beiläufig von 7—12 mm Kantenlänge, in der Weise vorbereitet, daß an zwei zusammenstoßenden Kanten Fäden ausgezogen werden, bis Einschuß- und Kettenfäden auf eine Länge

von 3 mm freigelegt sind.
Die Appretur wird durch Kochen mit einer verdünnten Lösung von Natriumkarbonat und durch Auswaschen mit heißem Wasser entfernt. Besichtigung in gewöhnlichem Licht unter 80—100 facher Vergrößerung läßt gewöhnlich Wolle und Baumwolle an der Form der Fasern erkennen, zwischen gekreuzten Nikols ist auch die Anwesenheit von Flachs und exotischen Seiden zu ermitteln (44, d). Man fasse einzelne abspreizende Fasern ins Auge.

c) Halbwolle und Halbseide. Als Färbungsverfahren ist zuerst das Abdampfen mit verdünnter Salpetersäure (52, a) zu empfehlen. Seide und Wolle werden gelb gefärbt, von Pflanzenfasern Jute, und in geringem Maße Hanf und Manilafaser. Ammoniak verstärkt die Färbung der tierischen Fasern, während es von den Pflanzenfasern Farbe abzieht. Für die Untersuchung ungefärbter und schwach gefärbter Stoffe können die gemischten Farblösungen 49 a und b gute Dienste leisten. Fäden, welche rote oder blaue Farbe angenommen haben, werden durch Drehen über dem Objekttischnikol geprüft; stark dichroitisch: Flachs. Gilt es, Wolle und Seide durch besondere Färbungen hervorzuheben, so wende man Naphtolgelb S und Croceinscharlach (48, a) an, womit man auch von Stoffproben schöne Präparate erhält. Für Halbwolle ist auch die Färbung mit Natriumplumbat (§ 36) zu empfehlen. Gelindes Erwärmen mit verdünnter Lösung färbt Wolle hellbraun, während Seide und Pflanzenfasern, abgesehen von geringer Quellung, unverändert bleiben.

d) Halbleinen aus Flachs und Baumwolle. Man kann die Baumwolle im Einschuß und in der Kette antreffen, so daß beispielsweise jeder dritte Kettenfaden aus Baumwolle besteht. Als Untersuchungsmethoden sind obenan zu stellen: die Ermittlung der Polarisationsfarben zwischen gekreuzten Nikols (44, d), und die Prüfung auf Dichroismus. Beide Methoden führen schnell und sicher zum Ziel, man hat bei ihrer Anwendung das Augenmerk auf einzelne abspreizende Fasern zu richten, die auch an den Leinenfäden zu finden sind. Für die Prüfung auf Dichroismus wird das Probelaßpchen in einer heißen Lösung von Kongorot, mit starkem Zusatz von Natriumkarbonat und unter wiederholtem Aufkochen gefärbt. In Glycerin oder Öl sieht man nach Abblendung des Oberlichts den Dichroismus über die ganze Breite der Leinenfäden und ist hierdurch imstande, dieselben schnell und sicher zu zählen. — Wird für Demonstrationszwecke ein Farbenunterschied in gewöhnlichem Licht verlangt,

so ist Färbung mit Methylenblau (40, b) und anhaltendes Auswaschen zu empfehlen. Das Gelingen ist ebenso sehr durch sorgfältiges Entfernen der Appretur, wie durch anhaltendes Auswaschen bedingt. Bei richtiger Ausführung erhält man Präparate, welche auch in Öl die Baumwollfäden weiß erscheinen lassen. Sie sind besonders geeignet für Besichtigung mit einer Lupe von 6—10 facher Vergrößerung. An Schärfe kann die Färbung mit Methylenblau nicht mit der Probe auf Dichroismus wetteifern.

e) Halbleinene Stoffe aus Flachs und Hanf sind seltener als baumwollhaltige. Um die Zählung der Fäden vorzubereiten, kann man auf die Kombinationsfärbung 48 d zurückgreifen. Die Färbung mit Malachitgrün und das Auswaschen erfordern Aufmerksamkeit und Geduld, indessen wird es auch bei aller Sorgfalt nur ausnahmsweise gelingen, aus den Leinenfäden alles Grün zu entfernen und kein Rot auf die Hanffäden gelangen zu lassen. Ein geübter Beobachter wird sich jedoch gerade diesen Umstand, welcher die Gefälligkeit der Bilder beeinträchtigt, für die Untersuchung zunutze machen. Er kann sicher darauf rechnen, in den Leinenfäden zahlreiche Fasern zu finden, welche in dem Rot des Benzopurpurins die feine grüne Linie zeigen, welche Flachs kennzeichnet, welcher dieser Kombinationsfärbung unterzogen wurde, und welche in Hanffasern nicht angetroffen wird.

54. Untersuchung gefärbter Fäden und Gewebe. In vielen Fällen kann ein Färbeversuch den gewünschten Aufschluß geben. Für Wolle kann man auf Blau, Grün, Rot und Lila Naphtolgelb S auffärben; die Wolle wird dann nach wiederholtem Ausziehen mit heißem Wasser durch gelbliche Mischfarben gekennzeichnet sein. Für Seide kann man in derselben Weise Malachitgrün oder Croceinscharlach und Schwefelsäure (48, a) angewendet werden. Man hat indessen Ursache, bei Versuchen dieser Art sich vor übereilten Folgerungen zu hüten, zumal dann, wenn basische Farbstoffe angewendet wurden. Alizarinrot wirkt auf diese nach Art einer Beize, und in noch höherem Maße kommt diese Eigenschaft mehreren Benzidinfarbstoffen zu. So bindet Kongorot auf Flachs Methylenblau ebenso fest wie Seide. Daß die Prüfung auf Dichroismus nach vorhergegangenem Auffärben von Kongorot oder Benzoazurin gute Dienste leisten kann, wenn es gilt, gefärbten Flachs und Hanf zu erkennen, bedarf nur kurzer Andeutung. Von Polarisationsfarben darf man bei Untersuchung gefärbter Fäden nicht viel erwarten. Dasselbe gilt von

morphologischen Kennzeichen, deren Anwendung durch dunkle Färbung sehr erschwert und bisweilen durch dick aufliegende Farbe (an beschwerten Geweben) unmöglich werden kann. In allen derartigen Fällen ist man darauf angewiesen, die Farben abzuziehen oder zu zerstören, und zwar muß dies in solcher Weise geschehen, daß die bloßegelegten Fasern für weitere Versuche tauglich bleiben, jedenfalls aber entscheidende morphologische Kennzeichen an denselben erhalten bleiben, womöglich durch die chemische Behandlung mit größerer Deutlichkeit zur Anschauung gebracht werden.

55. Entfärbung mittels Salpetersäure.

a) Durch Abdampfen mit verdünnter Salpetersäure werden viele Farbstoffe unter Bildung gelber Nitroverbindungen zersetzt, und die Zersetzungprodukte können zum größten Teil durch heißes Wasser und verdünntes Ammoniak entfernt werden. Für Flachs und Baumwolle ist nicht selten völlige Entfärbung zu erreichen, dagegen werden Wolle und Seide durch Erwärmen mit Salpetersäure bleibend gelb gefärbt, auch ist es bei Anwesenheit der leicht zerstörbaren echten Seide nicht immer tunlich, die Behandlung mit Salpetersäure bis zu völliger Zersetzung der Farbstoffe fortzusetzen. Die Ausführung der Versuche ist sehr einfach. Man fügt zu der in Wasser liegenden Probe ein wenig konzentrierte Salpetersäure, dampft bei 60° ab, bis sich am Rande der Probe Aufhellung und Gelbfärbung bemerklich macht und wartet nun die Ausbreitung der Reaktion während und nach dem Erkalten ab. Nur von einzelnen der wichtigsten Farben kann das Verhalten gegen Salpetersäure hier besprochen werden.

b) Indigoblau wird leicht oxydiert. Hatte man nicht zuviel Salpetersäure zugesetzt, so ist das Indigoxyd nach dem Abdampfen in gelbes Isatin übergeführt, und dieses kann in dem ersten Waschwasser durch Einengen, Zusetzen von Natriumazetat, Essigsäure, wenig Pyrrol und ein wenig konzentrierter Schwefelsäure nachgewiesen werden (Mikroch. Anal. organ. Verbind., Heft I, 34, b). Mit dem Zusatz von Pyrrol und Schwefelsäure muß man sparsam sein, um den blauen Niederschlag nicht durch Pyrrolrot zu verunreinigen. Die Reaktion ist sehr empfindlich. Nach dem Ausziehen mit heißem Wasser sind Flachs und Baumwolle fast farblos, Seide und Wolle sind gelb gefärbt, letztere in charakteristischer Weise gerollt und mit stark hervortretenden Schuppen. Das meiste Grün ist ebensoleicht zu zerstören. Enthielt es Indigo, so findet man in dem ersten Wasserauszug Isatin.

~~Benzaldehydgrün~~ (Malachitgrün, Brillantgrün usw.) wird schon durch Salzsäure gelb gefärbt, von Wolle und Seide aber nur zum kleinsten Teil abgezogen.

c) Gewöhnliches Alizarinrot leistet weniger Widerstand als Indigo. Die dunkelgelben Zersetzungprodukte können mittels Ammoniak von Flachs und Baumwolle abgezogen werden. Man ziehe zweimal mit heißem Wasser, hiernach mit Ammoniak aus und vollende das Auswaschen mit heißem Wasser. Türkischrot ist nicht so leicht zu zerstören, wie Indigo, macht aber noch keine ernstlichen Schwierigkeiten.

d) Ordinäres Blauholzschwarz wird durch die erste Einwirkung der Säure gerötet. Ebenso verhält sich Schwarz, welches mit Blauholz und Krapp ausgefärbt ist. Violette Färbung stellt sich ein, wenn das Schwarz auf einem Grund von Indigo und Berlinerblau hergestellt war. Bei fortgesetzter Einwirkung der Salpetersäure geht die Farbe in Gelb, oder, wenn Grundierung mit Berlinerblau vorliegt, in Grün über. Beschwerde schwarze Seide wird durch Salpetersäure bräunlichgelb gefärbt, die Faser bleibt indessen von einer dicken Kruste umhüllt, so daß nach anderen Mitteln gesucht werden muß, um sie bloßzulegen. Anilinschwarz ist sehr schwer zu oxydieren, man läuft hierbei Gefahr, mit der Farbe die Faser zu zerstören.

56. Ausziehen mit Alkalien und Säuren.

a) Verdünnte Lösungen der Alkalien zersetzen in der Wärme Berlinerblau und gewöhnliches Schwarz, unter Abscheidung von bräunlichem Eisenhydroxyd. Schwarz läßt außerdem unlösliche bräunliche Oxydationsprodukte von Gerbsäuren (Phlobaphene) zurück. Viele Teerfarben basischen Charakters, wie Fuchsin, Malachitgrün, Methylenblau werden durch Alkalien gebleicht, indem ihre farblosen oder schwach gefärbten Basen in Freiheit gesetzt werden. Man versuche vorher eine Mischung von Alkohol und konzentrierter Salzsäure zu gleichen Teilen, wodurch oft ein großer Teil der Farbe abgezogen werden kann. Alkali entfärbt dann so weit, daß Bestimmung der Fasern nach Polarisationsfarben und morphologischen Kennzeichen möglich wird. Baumwollstoffe und Leinen dürfen bei gewöhnlicher Temperatur für kurze Zeit der Einwirkung von konzentrierter Salzsäure ausgesetzt werden, ohne viel Schaden zu erleiden, dagegen ist für Wolle und noch mehr für Seide Verdünnung der Säure unerlässlich. Wolle wird in konzentrierter Salzsäure unter starker Krümmung

steif und brüchig, Seide zieht sich zu Klumpen zusammen und zerfließt. Alkalien sind weniger gefährlich. Gilt es, bei gewöhnlicher Temperatur Entfärbung zuwegezubringen, so darf man recht viel Alkali zusetzen, ohne eingreifende Veränderung der Fasern fürchten zu müssen. Bei erhöhter Temperatur erfolgt in einigermaßen konzentrierten Lösungen Quellung der Seide und Wolle, doch dauert es immerhin ziemlich lange, bis die Fasern unkenntlich werden und zerfließen. Wolle und Seide werden am meisten gefährdet, wenn man konzentrierte Säure und starke Lauge nacheinander auf sie einwirken läßt. Für abwechselndes Erwärmten mit Salzsäure und Alkali dürfen deshalb nur verdünnte Flüssigkeiten angewendet werden.

b) Schwarzblau auf Seide und Wolle, welches durch Alkali zu Violett umgeändert wird, kann durch abwechselnde Behandlung mit Alkali und mit Salzsäure bis zu Blaßblau herabgestimmt werden. Geht die Farbe nur wenig zurück, so kann man Natriumsulfit in saurer Lösung versuchen, und wenn keine Entfärbung erfolgt, Reduktion mit Zinn (57), oder man geht kurzweg zu Abdampfen mit Salpetersäure über (55, d).

c) Für die Entfärbung beschwerter Seide ist man wesentlich auf abwechselndes Ausziehen mit Säure und Alkali angewiesen. Zuerst wende man Salzsäure an, wobei Alkohol als Verdünnungsmittel gute Dienste tun kann, um im ersten Anlauf eine möglichst große Menge von Farbstoff in Lösung zu bringen. Die dunkelrote Lösung wird abgezogen und der Rest derselben durch Andrücken von Filterpapier weggenommen. Läßt die Wirkung des sauren Lösungsmittels nach, so wird, nach zweimaligem Auswaschen, verdünnte Natronlauge angewendet, im Notfall auch gelindes Erwärmen. Die Seide läßt nun wieder Farbstoff fahren und wird hellbraun. Sie ist in diesem Zustande bereits für Bestimmung nach morphologischen Kennzeichen und Polarisationsfarben geeignet, wenn man sich an die Stellen hält, wo der braune Überzug von Phlobaphenen abgefallen ist. Beiläufig kann man sich an diesen Stellen überzeugen, daß es Muster von schwarzer Seide gibt, in welchen die Farbenkruste dicker ist als die darin steckende Faser. Fortgesetzte Anwendung von Säure und Alkali nützt nicht viel, dagegen bringt Aufkochen mit reichlichem Wasser die Krusten zum Platzen und durch leichtes Drücken und Klopfen mit einem Glasstäbchen oder einem dicken Platindraht kann ein gut Teil derselben losgetrennt und weggeschwemmt werden. Der Rest

wird am leichtesten durch vorsichtiges Oxydieren mit Kaliumpermanganat in alkalischer Lösung und nachfolgendes Erwärmen mit verdünnter Salzsäure beseitigt. Die zurückbleibenden Seidenfasern sind blaßgelb gefärbt. An schwarzer beschwerter Wolle wird man die Entfärbung nicht so weit treiben können und sich meistens mit bräunlichen Fasern zufrieden geben müssen. Daß dieselben für Färbungsversuche recht wohl geeignet sind, erhellt aus einem Versuch mit schwarzer Halbseide, welcher gelbliche und bräunliche Fasern ergab, auf welche die Kombinationsfärbung mit Naphtolgelb S und Croceinscharlach (48, a) mit gutem Erfolg angewendet werden konnte (Fig. 25, Taf. II).

57. *Entfärbung durch reduzierende Mittel.* Reduzierende Mittel können für das Bleichen gefärbter Fäden und Gewebe vorzüglich Dienste leisten. Für Reduktion in sauren Flüssigkeiten ist die Anwendung von metallischem Zinn und Salzsäure zu empfehlen. Man kann sich eines Plättchens von gewalztem Zinn bedienen, auf welchem die Probe mit Salzsäure befeuchtet und erwärmt wird. Sehr schnell und durchgreifend ist die Wirkung dieses Verfahrens bei Azofarbstoffen.

a) Die Azofarbstoffe werden durch Zinn und Salzsäure unter Sprengung der Azogruppe gespalten und hydriert, so daß beide Hälften eine Amidogruppe erhalten. Die Tropäoline, Ponceaux, Croceinscharlach und unter den Benzidinfarben Kongorot und Benzopurpurin werden unter Anwendung konzentrierter Säure bei gewöhnlicher Temperatur reduziert, Chrysamin etwas schwieriger. Diazoschwarz und Benzoschwarz müssen 1—2 Minuten lang mit Zinn und verdünnter Salzsäure erwärmt werden. Ein Teil der genannten Farbstoffe widersetzt sich dem Ausziehen mit Säure und Alkali, durch Reduktion können sie alle bis auf die letzte Spur entfernt werden.

b) Sulfonsäuren basischer Farbstoffe (Säurefuchsin, Säuregrün, Wasserblau) werden am zweckmäßigsten mit Alkali abgezogen und die Entfärbung durch Reduktion mit Zinn und Natronlauge zu Ende geführt. Ebenso kann man mit Indigo und mit Indigotinsulfonsäuren verfahren.

c) Eigentlich ist das Verhalten der Triphenylmethanfarbstoffe. Sie werden durch konzentrierte Salzsäure gelb gefärbt und zum kleineren Teil von den Fasern abgezogen. Auf Zinn geht die Entfärbung anfangs schnell vorstatten, kommt aber bald zum Still-

stand und ~~und~~ auf ~~Zusatz~~ vom Wasser stellt sich eine blasse Schattierung der ursprünglichen Farbe ein. In den meisten Fällen kann man mit wenig Zeitaufwand zum Ziel gelangen durch Anwendung von Alkali und wenn dieses keine ausreichende Entfärbung bringen sollte, durch gelindes Erwärmen auf Zinn mit der verdünnten Lauge. Sobald die Entfärbung den erforderlichen Grad erreicht hat, wird die Probe auf einem Objektträger unter das Mikroskop gebracht und bleibt für die Zeit, welche zu eingehender Besichtigung nötig ist, so gut wie farblos. Ähnlich ist das Verfahren für Eosin und andere Phtaleinfarbstoffe. Durch alkalisches Reduktionsmittel wird dem Eosin (Tetrabromfluorescein) Brom entzogen. Es entsteht eine gelbe Lösung, in welcher ein Stäubchen Kaliumpermanganat sogleich den prächtigen grünen Lichtschein alkalischer Lösungen von Fluorescein hervorruft. An dem beschriebenen Verfahren wird auch nicht viel geändert, wenn basische Farbstoffe nach Eosin oder sauren Azofarbstoffen aufgefärzt sind. Reduktion mit Zinn und Salzsäure entfernt den größten Teil der Farbe, der übrig gebliebene kleine Anteil kann für die Zeit einer Beobachtung durch Alkali unschädlich gemacht werden.

d) Indulin, Methylenblau und Safranin werden durch Erwärmen mit Zinn und Salzsäure entfärbt. Safranin ist nicht leicht zu entfernen. Am schwierigsten sind Gallocyanin, Cörulein und Anilinschwarz. Das letztere wird durch konzentrierte Salzsäure zu dunkelgrünem Emeraldin umgewandelt. Anhaltende kräftige Reduktion bringt die Farbe auf ein blasses Grün herab, welches für das Aufsuchen morphologischer Kennzeichen nicht störend ist.

58. Färbungsversuche auf entfärbten Fäden und Geweben.

a) Hat man Salpetersäure als entfärbendes Mittel benutzt, so ist es ratsam, nach dem Auswaschen Zinn und Salzsäure auf die Fasern wirken zu lassen, um Nitrokörper zu reduzieren. In den Fasern können nitrierte Zersetzungprodukte der zerstörten Farbe zurückgeblieben sein, welche basische Farbstoffe zu fixieren vermögen. Auch kann, durch teilweise Nitrierung der Pflanzenfasern, die Zellstoffreaktion mit Chlorzink-Jodlösung beeinträchtigt sein.

b) Für Proben, welche durch Ausziehen mit Salzsäure und Alkali entfärbt wurden, fällt diese Vorsichtsmaßregel weg. Sie können stets der Prüfung mit Chlorzink-Jodlösung unterzogen werden, und wenn die Entfärbung weit genug gediehen ist, auch der Prüfung mit Lösungen von Teerfarbstoffen. Nur in den Fällen, wo zur

Vollendung des Bleichens oxydierende Mittel in Anwendung kommen mußten (Kaliumpermanganat u. dgl.) ist einige Vorsicht anzuraten. Flachs und Baumwolle können hierbei oberflächlich in Oxyzellulose übergeführt werden, und so eine abnormale Anziehung für Farbstoffe erhalten.

c) Entfärbung durch reduzierende Mittel liefert bei guter Ausführung Produkte, welche unbedenklich Färbungsversuchen unterzogen werden können. Allerdings muß dem Auswaschen alle Sorgfalt zugewendet werden, damit keine Zinnverbindungen in den Fasern zurückbleiben, und als kräftige Beizmittel wirkend, Farben auf Pflanzenfasern befestigen, welche unter gewöhnlichen Umständen nur von tierischen Fasern angezogen und festgehalten werden.

59. Kunstwolle und Kunstseide (*Shoddy*).

a) Kunstwolle und Kunstseide wird in großem Maßstabe durch Zerfasern sortierter wollener und seidener Lumpen hergestellt und mit kleinen Zusätzen unversehrter tierischer Fasern, auch wohl von Baumwolle, versponnen: Man unterscheidet, nach Länge der Fasern und Art der Lumpen: 1. Shoddy, langfaserig (über 20 mm), aus rein-wollenen ungewalkten Stoffen; 2. Alpaka, langfaserig, aus halbwollenen Stoffen¹⁾; 3. Mungo, kurzfaserig (5—20 mm), aus gewalkten Stoffen. Der Nachweis dieser Kunstdprodukte gehört zu den schwierigsten Aufgaben der technischen Mikroskopie, zumal seitdem Phantasiestoffe von unbestimmten Färbungen in Aufnahme gekommen sind. — Daß die Kürze der Fasern und ungleiche Dicke derselben keinen zuverlässigen Anhalt gibt, liegt nach dem, was über die Maße verschiedener Abarten von Wolle gesagt ist (8), auf der Hand. Abreibung der Spitzen und der Epidermisschuppen kommt auch an Naturwolle vor; Quetschungen und Zerreißungen können bei der Verarbeitung zu Geweben statthaben (Kratzen und Walken). Schlesinger will Kunstwolle durch ihr schnelleres Zerfallen in Lauge und in konzentrierter Schwefelsäure von Naturwolle unterscheiden. Der Unterschied in dem Verhalten gegen diese Reagentien ist im günstigen Fall recht klein und verschwindet sehr oft, kehrt sich sogar bisweilen um, in der Art, daß Shoddyfasern weniger angegriffen werden als beschädigte Fasern von Naturwolle. Von größerem Ge-

¹⁾ Die Baumwolle kann durch das Köhlersche Karbonisierungsverfahren (Eintrocknen mit verdünnter Schwefelsäure und Ausklopfen) größtenteils entfernt werden, ohne erhebliche Veränderung der Wollfasern.

wicht sind die folgenden Kennzeichen. Fremde Fasern können durch Sortieren und vor allem durch das Karbonisierungsverfahren großenteils entfernt werden, kommen indessen noch recht häufig in Shoddy vor. Farblose Baumwollfasern haben wenig zu bedeuten, dagegen sind farbige Baumwollfasern von abweichender Färbung verdächtig, wenngleich nicht beweisend für das Vorhandensein von Shoddy. Ebenso ist es mit der Mengung ungleich gefärbter Fasern bestellt. Die allgemeine Verbreitung der sogenannten „meilierten“ Stoffe führt zu der Annahme, daß solche Gemenge ohne irgendwelche betrügerische Absicht hergestellt werden. Allerdings wird wohl kein Fabrikant auf den Einfall kommen, grelles Orange mit Hellblau, Hellrot mit Zeisiggrün zu mengen. Am schwersten wiegt das häufige Vorkommen von zerfaserten Enden. Auch dieses Kennzeichen hat für sich allein keine durchschlagende Beweiskraft, weil im Laufe der Verarbeitung auch Naturwolle durch Kratzen und Walken zerrissen werden kann, andererseits schließt es Verwechslung von Shoddy mit Scherwolle vollkommen aus und ist hierdurch von großem Wert. Die kurzen Faserstückchen, welche bei dem Glattscheren tuchähnlicher Stoffe abfallen, müssen bei der Beliebtheit gemusterter Gewebe ebenso bunte und unerwartete Farbenmengung zeigen wie Shoddy und könnten ohne das unterscheidende Kennzeichen ihrer glatt abgeschnittenen Enden um so leichter Anlaß zur Annahme einer starken Beimengung von Shoddy geben, als ihre Benutzung zur Füllung oder Dichtung dicker gewalkter Stoffe allgemein geworden ist. Schließlich ist noch zu bemerken, daß mehrere Fabriken egalisierte Kunstwolle liefern, in welcher die grellen Farbengegensätze durch teilweise Bleichung und durch Färben der Faserstoffe ausgeglichen sind. Vollkommene Bleichung wird kaum vorkommen; sie würde zu große Kosten machen und die Wollfasern zu sehr angreifen.

b) Regeln für das Aufsuchen von Kunstwolle. Shoddyfäden verraten sich durch ihre Dicke und Zerreißbarkeit (daher oft baumwollene Kette). Man hat sie im Inneren oder an der Unterseite der Gewebe zu suchen. Bei dem Zerreißen stäuben sie. Den Staub fange man auf einer reinen Glasplatte auf und untersuche ihn in einem Tropfen Wasser. Man hat hier die beste Gelegenheit, die charakteristischen Kennzeichen: pinsel förmige Enden, ungleiche Färbung, Einmengung fremder Fasern, auf kleinstem Raum zu finden.

Wird die ungleiche Färbung vermißt, so kann egalisierte Kunstwolle vorliegen. Man unterwerfe alsdann verdächtige Fäden abwechselndem Ausziehen mit Salzsäure und Alkali (56) und der Reduktion mit Zinn und Salzsäuze (57) und verfolge in kurzen Zwischenzeiten die Wirkung dieser Entfärbungsmittel bei 40—60 facher Vergrößerung. Oft kommt hierbei die ursprüngliche bunte Farbenmischung in abgeblästem Zustande wieder zum Vorschein. Ein abgekürztes Verfahren, welches in vielen Fällen ein Gemenge von Shoddyfasern und Scherwolle liefert, beruht auf dem Stäuben kurzfasriger Stoffe bei der Bearbeitung mit einer steifen Bürste. Eine steife Zahnbürste ist ganz zweckmäßig, und man kann dieselbe wiederholt gebrauchen, wenn man sich zwischen den Versuchen von ihrer Reinheit überzeugt. Dies geschieht, indem man damit nach verschiedenen Richtungen über die Spitzen eines reinen Kamms bürstet und etwaigen Staub auf Glas oder weißem Papier auffängt und untersucht. Die Stoffproben legt man über den Zeigefinger der linken Hand und bürstet unter mäßigem Druck über einer Glasplatte oder einem Blatt Papier. Scherwolle wird man von beiden Seiten, Shoddy wird man hauptsächlich von der Unterseite erhalten. Gutes Tuch gibt kaum 0,5 % kurzer Fasern, beide Seiten zusammen genommen. Durch Klopfen und Schütteln kann man machen, daß die langen Abfälle sich zu losen Flocken ballen, welche man vorläufig beiseite legt. Den Staub, welcher sich an das Glas oder Papier gehängt hat, streift man mit einem Kartonstückchen ab und überträgt ihn behufs weiterer Untersuchung in einen Wassertropfen. Färbungsversuche sind hier von untergeordneter Bedeutung. Will man, für weiße Shoddy, davon Gebrauch machen, so empfiehlt sich die Anwendung der gemischten Lösung 49 b, welche Wolle und Seide gelb, Jute braun, Flachs und Baumwolle blau färbt.

c) Handelt es sich um Kunstseide, so wachsen die Schwierigkeiten, weil gemusterte Seidenstoffe verhältnismäßig selten sind und weil das Reißen von Seidenfasern nicht zu charakteristischen Formen führt. Seide reißt quer oder in schräger Linie, ohne Zerfaserung, so daß die Stücke wie abgeschnitten oder zu einer kurzen schiefen Spitze ausgezogen erscheinen.¹⁾ Nimmt man hinzu, daß bei Seidenstoffen die Filzung wegfällt, Kunstseide also durchweg langfaserig

¹⁾ Chinesische Seide zeigt anderes Verhalten; sie zerfasert, wie Flachs und Wolle.

sein wird, und daß andererseits für Stoffe zweiter Qualität beträchtliche Mengen kurzfaseriger, durch Kratzen zugerichteter Florettseide verarbeitet werden, so folgt, daß der Nachweis von reiner Kunstseide zu den mißlichsten Aufgaben gehört, welche dem Mikroskopiker gestellt werden können. Weit günstiger gestaltet sich die Sachlage, wenn halbwollene Lumpen mit reinseidenen verarbeitet sind, und glücklicherweise scheint dies recht oft der Fall zu sein. Weil nicht anzunehmen ist, daß irgend jemand Seide durch Beimengung von Kunstwolle verfälschen wird, gelangt man zu dem Schluß, daß Zerfaserungsprodukte von Halbseide (Bengaline u. dgl.) vorliegen, welche mit Seidenshoddy in den Stoff gelangt sind. Hat man mit schwarzer Seide zu tun, und wünscht für Belegpräparate die Shoddyfasern zu entfärbten, so kann dies in einfachster Weise durch Abdampfen mit verdünnter Salpetersäure geschehen (55, d). Die zerfaserten Enden der Wollfasern bleiben dabei erhalten und der schuppige Bau wird stark hervorgehoben.

d) Kunstseide aus Zellulose (Lustrazellulose). Nach Material und Verhalten sind zu unterscheiden: Nitroseide (teilweise denitriertes Zellulosenitrat) von Chardonnet und Lehner. Kupferammonseide der Vereinigt. Glanzstofffabriken, Aachen und der Elberfelder A.-G. (Pauly-Seide, nahezu reine Zellulose, aus Lösung in Cuprammonium), Viscoseseide der Werke in Sydowsaue bei Stettin (aus Zellulosexanthogenat, der sogenannten Viscose, durch verdünnte Säuren). — Aus Nitroseide kann mit konzentrierter Schwefelsäure Salpetersäure ausgetrieben werden, nachzuweisen mit Diphenylamin und konzentrierter Schwefelsäure oder nach Sublimation mit Bariumazetat. Sie fixiert Malachitgrün in schwach saurer, Benzoazurin in schwach alkalischer Lösung (Unterschied von Naturseide).

Aus Cuprammoniumlösung hergestellte Kunstseide fixiert kein Malachitgrün, Benzoazurin dagegen reichlich. Meist ist soviel Cuprammonium zurückgeblieben, daß die Färbung mit Benzoazurin violett ausfällt und unvollkommen Dichroismus liefert (von blau zu rotviolett). Viskoseseide fixiert kein Malachitgrün und färbt sich nur schwach mit Benzoazurin.

Zur Unterscheidung von Naturseide kann weiter noch herangezogen werden:

1. Mit verdünnter Jodlösung wird Kunstseide violett, mit stärkerer intensiv schwarz gefärbt. Auch Chlorzinkjodlösung färbt zuerst violett,

dann ~~wurde sie schwärzen~~ Naturseide gibt mit diesen Reagentien leicht bis dunkelgelb.

2. Erwärmen mit verdünnter Salpetersäure; Naturseide gelb, starke Schrumpfung, Kunstseide ungeändert.

3. Erwärmen (gelinde) mit konzentrierter Natronlauge, Chinesische Seide sofort in Lösung, später auch Tussahseide, Kunstseide wenig angegriffen, am meisten, unter Bräunung, die Seiden aus Zellulosenitrat.

4. Zugprobe, trocken und naß. Naturseide und Baumwolle verlieren in nassem Zustande wenig an Festigkeit, Kunstseide dagegen im Verhältnis 3 : 1.

Dritter Abschnitt.

Mikrochemische Untersuchung von Papier.

I. Aufsuchung der Aschenbestandteile.

60. Aufsuchung von Natriumsalzen. Da bei der Temperatur, welche für vollständige Veraschung erforderlich ist, Verflüchtigung von Alkalosalzen (Soda, Natriumchlorid, Natriumhyposulfit) und Silikatbildung stattfinden könnte, begnügt man sich mit Verkohlung. Man faßt einen Streifen des Papiers von etwa 10 mm Breite und 20 mm Länge mit der Pinzette, entzündet ihn und hält ihn über einen großen Objekträger, bis die Flamme erloschen ist. Einige Seidenpapiere und Filterpapiere verbrennen bei dieser Behandlung zu hellgrauer lockerer Asche; Papiere, die irgend erhebliche Mengen von Füllstoffen enthalten, hinterlassen einen zusammenhängenden kohligen Rückstand. Man kocht denselben mit Wasser aus, dampft den Auszug, ohne sich mit vollständiger Klärung aufzuhalten, mit einem kleinen Zusatz von Ammoniak und Ammoniumkarbonat ab, zieht den hierbei erhaltenen Rückstand mit Wasser aus und klärt durch sorgfältiges Abziehen oder durch Filtrieren (Anl. z. mikroch. Anl. T. I, S. 22), dampft ab, erhitzt den Rückstand bis zur Verflüchtigung der Ammoniumsalze und prüft denselben auf Natrium mittels Uranylazetat (Mikr. Anal., Reaktionen, 2, a) oder mittels Ammoniumfluosilikat (2, c).

Will man in Filterpapier nach Spuren von Chlor suchen, so befeuchtet man dasselbe mit einer sehr verdünnten Lösung von reinem Natriumkarbonat, trocknet, verkohlt, zieht mit Wasser aus, über-

sättigt den ~~Auszug~~ ^{gew. Aufzug} mit einer Essigsäure und prüft mit Platinisulfat und Thallonitrat (Mikr. An. § 60, c).

61. Aufsuchung von Gips und Ton.

a) Handelt es sich um Aufsuchung von Füllstoffen, so sucht man die Papierstreifen vollständig einzuäschern. Man läßt sie verkohlen und hält die kohlige Masse an den Saum einer kleinen blauen Flamme (10—15 mm hoch), bis alle schwarzen Teilchen verschwunden sind. Nimmt man die Papierstreifen nicht länger als 20 mm und achtet darauf, sie von der Seite her in die möglichst kleine Flamme zu bringen, so wird auch mit Seidenpapier und Filtrerpapier nur ausnahmsweise Zerreißung und Fortführung der sehr leichten und lockeren Asche vorkommen. In schwierigen Fällen muß das Veraschen mit größerem Aufwand von Zeit auf einem dünnen Platinspatel zu Ende geführt werden.

b) Die Asche wird mit Wasser ausgekocht, welches Gips und kleine Mengen von Alkalosalzen auflöst. Man engt den Auszug ein, bis sich ein schmaler Randsaum zeigt, und sucht längs diesem nach Gipskristallen (Mikr. An. § 21, a). Ist nur wenig Gips in Lösung gegangen, so erscheinen die Kristalle nicht sogleich; man lege alsdann das Präparat für 10 Minuten zur Seite, mache inzwischen einen zweiten Auszug mit verdünnter Salzsäure und suche in diesem nach Gipskristallen.

Größere Mengen von Gips können auf kürzerem Wege aufgefunden werden. Man falte einen Streifen Papier von 20 mm auf 5 mm, verbole ihn, zerdrücke die Kohle in einem Tropfen Wasser und füge ein Tröpfchen Schwefelsäure hinzu. Es entwickelt sich Schwefelwasserstoff, welcher an seinem Geruch und an der braunen Färbung einer silbernen Münze erkannt wird, mit welcher man die Probe bedeckt.

c) Ist kein Gips gefunden, oder bleibt nach wiederholtem Ausziehen der Asche mit verdünnter Salzsäure ein unlöslicher Rückstand, so wird dieser, behufs Untersuchung auf Ton (china clay) mit Schwefelsäure erhitzt. Man verröhrt die feuchte Masse mit einem Tröpfchen konzentrierter Schwefelsäure, dampft auf einem Platinspatel oder auf einem Streifen Glimmer ab und fährt mit Erhitzen fort, bis die Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen zu Ende geht. Hierbei wird gebrannter Ton zersetzt und Aluminiumsulfat gebildet, welches durch Auskochen des Rückstandes mit verdünnter Salzsäure in Lösung

~~gebracht werden kann~~. Die Lösung wird durch Abziehen oder Filtern geklärt, eingeengt und mittels Cäsiumchlorid auf Aluminium geprüft (Mikr. An. 42, a). Der Rückstand von der Behandlung mit Säuren besteht hauptsächlich aus pulveriger Kieselsäure, kann aber auch Quarzsplitter enthalten, welche unter 60—80 facher Vergr. gesucht werden. Sie sind klar, farblos, zeigen lebhafte Polarisationsfarben und ritzen das Glas, wenn sie zwischen zwei Objektträgern gerieben werden. Wird chemischer Nachweis der Kieselsäure verlangt, so hat man (auf Platin oder Zelloid) Fluorammonium und Salzsäure als Lösungsmittel anzuwenden und durch Zusatz von Natriumchlorid das Silizium als Natriumfluosilikat abzuschneiden (Mikr. An. 39, a).

Ein starker Zusatz von Ton verrät sich schon durch die physische Beschaffenheit der Asche, welche alsdann ein festes steifes Plättchen darstellt. Man kann hiervon Vorteil ziehen zu leichter und schneller Aufsuchung des Aluminiums mittels einer Lösung von Kobaltnitrat. Man bringe auf die Asche, welche in der Pinzette gehalten wird, einen Tropfen Wasser und in diesen ein Tröpfchen der Kobaltlösung, dampfe am Saum der Flamme ab und erhitze schließlich zu lebhaftem Glühen. Nach dem Erkalten zeigt sich ein ultramarinblauer Fleck. Graue oder schwärzliche Flecke sind nicht auf Aluminium zurückzuführen, sondern auf Gips oder auf Übermaß von Kobaltlösung.

62. *Seltener Füllstoffe*. Hin und wieder trifft man auf einen weißen Füllstoff, welcher die Schwefelwasserstoffreaktion gibt, aber mit Wasser oder verdünnter Salzsäure keine Gipskristalle liefert. Man hat alsdann Ursache, die Anwesenheit von Schwerspat (Bariumsulfat) vorauszusetzen. Will man weiter gehen, so muß man das Papier mit einer Lösung von Natriumkarbonat tränken, trocknen, veraschen, die Asche zunächst mit Wasser und hiernach mit verdünnter Salzsäure ausziehen. In dem salzauren Auszug ist das Barium mittels Ammoniumfluosilikat nachzuweisen (Mikr. An. 19, b).

Lithographische Papiere erhalten bisweilen eine Appretur mit Kreide. Sie ist leicht nachzuweisen, indem man ein Stückchen des Papiers in einem Tropfen Wasser kocht, um alle Luft auszutreiben, ein Deckglas auflegt und, nachdem man den Rand des Papiers unter schwacher Vergrößerung eingestellt hat, an dieser Seite ein Tröpfchen Salzsäure an den Rand des Deckglases bringt. Man stellt nochmals ein und schiebt nun von der entgegengesetzten Seite einen spitz zugeschnittenen Streifen Filtrerpapier gegen das Deckglas vor, welcher

durch ~~Ansauchen~~^{Abziehen} des Wassers die Austreibung von Kohlensäure durch die vordringende Salzsäure einleitet.

Auf feinen Kartons kommt Appretur mit Bleiweiß und Zinkweiß vor, beide leicht zu finden. Man achte auf die Farbe des Papiers, die nicht gelb sein darf, wenn die Probe stichhaltig sein soll, und auf die Farbe der Asche in heißem und in erkaltetem Zustande, Zinkoxyd färbt in der Hitze lichtgelb, bei gewöhnlicher Temperatur weiß, Bleioxyd in der Hitze bräunlichgelb, bei gewöhnlicher Temperatur hellgelb, es macht außerdem die Asche leicht schmelzbar. Man kann das Blei mit verdünnter Salpetersäure in Lösung bringen, abdampfen und den Wasserauszug des Abdampfungsrückstandes mittels Kaliumjodid prüfen (Mikr. An. 22, b).

Schwer schmelzbare gelbe und rötliche Aschen sind auf Eisen zu untersuchen. Ist der Gehalt der Papiere an Ocker oder Eisenrot ansehnlich, so genügt Prüfung auf Magnetismus nach reduzierendem Glühen mit Natriumkarbonat, kleine Beimengungen von Eisenfarbstoffen sind durch Ausziehen der Asche mit konzentrierter Salzsäure in Lösung zu bringen und nach Austreibung des Übermaßes von Säure mittels Kaliumferrozyanid auf Eisen zu prüfen (Mikr. An. 43, a).

II. Untersuchung der Leimung und Färbung.

63. Leimung des Papiers.

a) Bei der Untersuchung der Leimung kommen hauptsächlich drei Klebstoffe in Betracht: Stärkekleister, Harz und animalischer Leim; daneben noch Aluminiumsalze (Aluminiumsulfat und Alaun), welche animalischem Leim in kleiner Menge zugesetzt werden, während sie einen wesentlichen Bestandteil des Harzleims ausmachen. Stärke und Harz, oft zusammen angewendet, sind die bevorzugten Klebstoffe; animalischer Leim wird nur für Luxuspapiere gebraucht, am häufigsten findet er sich in englischen und amerikanischen Papieren.

In letzter Zeit wird auch Viskose (aus Zellulose durch Behandlung mit Alkalien und Lösung in Schwefelkohlenstoff enthaltenes Zellulosexantogenat, woraus durch verdünnte Säuren die Zellulose auszuscheiden ist) verwendet. Für den Nachweis dieser und anderer selten angewandten Leimstoffe siehe man Herzberg, Papieruntersuchung 3. Aufl.

wwb) Stärke ist leicht durch die Blaufärbung mit Jod zu entdecken. Man bestreiche ein Stückchen des Papiers mit einer sehr verdünnten Lösung von Jod in Kaliumjodid. Die Wirkung zeigt sich augenblicklich. Hatte man die Lösung nicht bis zu blaßstrohgelber Farbe verdünnt, so kann die Farbe der Probe im ersten Augenblick grünlich ausfallen. Der blaue Fleck blaßt nach einer halben Stunde ab; zwischen zwei Glasplatten bleibt er bis zum nächsten Tage unverändert. Unter schwacher Vergrößerung zeigen verschiedene Papiermuster Ungleichheiten in der Verteilung der blauen Farbe. In einigen sind die Fasern gleichmäßig von dem Blau umhüllt, andere sind gefleckt, mosaikhähnlich gemustert, als ob Kleb- und Füllmasse sich vorzugsweise in größeren Lücken zwischen den Faserbündeln angehäuft hätte. Durch welche Eigentümlichkeiten der Herstellungswise dies ungleiche Verhalten zu Jodlösung hervorgebracht wird, ist mir nicht bekannt; ebenso bleibt sein Zusammenhang mit anderen Eigenschaften des Papiers (Durchlässigkeit, Festigkeit) noch zu ermitteln. Neben Stärke wird nur ausnahmsweise animalischer Leim, dagegen um so öfter Harz angetroffen.

c) Harz kann durch Lösungsmittel ausgezogen werden. Alkohol nimmt einen großen Teil desselben auf, unter Mitwirkung von Salzsäure löst er alles Harz, zugleich gehen Aluminiumverbindungen in Lösung. Da das Arbeiten mit Alkohol auf dem Objektträger allerlei Unannehmlichkeiten mit sich bringt, ist Ammoniak vorzuziehen. Man lasse einen Tropfen konzentrierter Ammoniakflüssigkeit zwischen Glas und Papier eindringen, erwärme gelinde, füge Wasser zu und erwärme nochmals. Nach Entfernung des Papiers wird der Probetropfen in einer Ecke des Objektträgers eingeengt. Hat das Ammoniak Harz aufgenommen, so trübt der Tropfen sich unter dem Einengen. Durch Zusatz von Säure kann alles Harz in Gestalt von durchscheinenden Flocken gefällt werden, welche durch Alkohol wieder in Lösung gebracht werden. Gibt die Prüfung mit Ammoniak ein unsicheres Resultat, so geht man dazu über, in dem ausgezogenen Papierstreifen das Aluminiumhydroxyd der Harzleimung zu suchen. Man verfährt, wie bei dem vorhergehenden Versuch, mit der einen Abweichung, daß an Stelle von Ammoniak ein Tröpfchen Natronlauge zur Anwendung kommt, welche Aluminiumhydroxyd und den Rest der Harzsäure löst. Die alkalische Flüssigkeit wird mit einem Übermaß von Ammoniumchlorid oder Ammoniumkarbonat abgedampft



und der Rückstand zweimal mit einem Tropfen Wasser ausgewaschen. Das zurückbleibende, meistens mit Harzsäuren verunreinigte Aluminiumhydroxyd wird durch Erhitzen mit einem Tröpfchen konzentrierter Schwefelsäure in neutrales Sulfat umgewandelt. Sind Harzsäuren in erheblicher Menge zugegen, so färbt die Masse sich karmoisinrot, in höherer Temperatur schwarz. Wenn die Entwicklung grauer Dämpfe nachläßt, kann die schwarze Masse nach einigem Abkühlen mit Wasser ausgezogen werden. Die Lösung wird stark eingeengt und mit einem Körnchen Cäsiumchlorid geprüft, welches die Anwesenheit von Aluminiumsulfat durch farblose, sauber ausgebildete Oktaeder von Cäsiumalaun anzeigt (Mikr. An. 42, a).

d) Animalischer Leim gibt bei erhöhter Temperatur eine ziegelrote Färbung mit Millons Reagens.¹⁾ Schneller und empfindlicher reagiert Gerbsäure, welche auch in den verdünntesten Lösungen einen flockigen, wenig durchscheinenden Niederschlag hervorbringt. Käufliches Tannin gibt oft unklare Lösungen, man hilft sich dann am besten mit Galläpfeln, wovon man einige dünne Schnitzel nimmt, die mit einem Tropfen warmen Wassers ausgezogen werden. Nach einigen Sekunden kann man die Lösung in den Probetropfen einfließen lassen. Gewöhnlich erhält man von 1 qcm Papier, mit heißem Wasser ausgezogen, eine starke Reaktion, wenn der Auszug zu einem Tropfen von 7 mm Durchmesser eingeengt ist. Ist die Reaktion wider Erwarten schwach ausgefallen, so dampfe man ab, wasche den Rückstand behutsam mit kaltem Wasser aus und erwärme schließlich mit einer sehr verdünnten Lösung von Malachitgrün in Wasser. Am Glase haftende Flocken von Leimtannat erhalten hierbei eine lebhaft grüne Farbe.

64. *Gefärbtes Papier.* In der Masse gefärbte Papiere enthalten sehr billige oder sehr stark wirkende Farbstoffe. Unorganische Farbenpulver werden in derselben Weise beigemengt wie die Füllstoffe, sie gelangen mit diesen in mehr oder weniger verändertem

¹⁾ Das Reagens wird hergestellt durch Auflösen von 1 ccm metallischem Quecksilber in 9 ccm abgekühlter rauchender Salpetersäure. Es reagiert träge bei gewöhnlicher Temperatur, schnell bei 60—100°. Seine Wirksamkeit läßt nach längerem Aufbewahren nach, kann indessen durch kleine Zusätze von Kaliumnitrit aufgefrischt werden. Phenole mit einem Mol. OH und mehrere Albuminstoffe werden durch Millons Reagens in ähnlicher Weise gefärbt wie animalischer Leim.

Zustände ~~über~~ **in die Asche.** Dahin gehören: für rötliche Farben Eisenrot und roter Ocker oft mit Kampesche- oder Katechufarbstoff zusammen angewendet; für Gelb gelber Ocker, selten Bleichromat; für Blau Ultramarin, kenntlich an der Bleichung und Schwefelwasserstoffentwicklung mit starken Säuren. Seltener kommt Berlinerblau vor, an gelbbrauner Färbung mit Natronlauge zu erkennen und an rötlicher Färbung der Asche. Von organischen Farbstoffen findet man am häufigsten: für Violett und schmutzigblau Kampescheholz, für reineres Blau Indigo (von Hadern, oft mit Berlinerblau verstärkt); für Rot Brasilienholz, auch nicht selten Alizarin, von roten Hadern; für Braun Katechu, in extra starken Papieren auch Teer, von geteertem Hanf. Neuerdings werden auch einige Anilinfarben (Wasserblau, Säuregrün) und Azofarbstoffe (Bismarckbraun, Naphthorange, Diphenylaminorange, Metanilgelb) angewendet. Durch konzentrierte Salzsäure werden die Farbstoffe von Blauholz und Brasilienholz mit roter Farbe, die Anilinfarben als gelb gefärbte saure Salze ausgezogen, welche durch Zusatz von viel Wasser die ursprüngliche Farbe wieder annehmen. Diphenylaminorange und Metanilgelb werden durch starke Säuren violett gefärbt; von dem ersten nimmt verdünnte Salzsäure bei gewöhnlicher Temperatur fast nichts auf, während Metanilgelb in verdünnter Säure weniger schwer löslich ist. Auf die Salzsäure kann man, um den Rest der organischen Farbstoffe zu zerstören, Bleichnatron folgen lassen. Durch dieses Mittel ist auch Indigo und Alizarin zu zerstören, man hat jedoch nach dem Gebrauch desselben besondere Sorgfalt auf das Auswaschen zu verwenden. Azofarbstoffe werden am besten mit Zinn und Salzsäure behandelt, um sie zu spalten und in lösliche Amidoverbindungen zu verwandeln. Auch hierbei ist auf sorgfältiges Auswaschen zu achten. Teer kann zum größten Teil durch Kochen mit verdünnter Natronlauge entfernt werden. Die Lösung zeigt gegen Säuren ein ähnliches Verhalten wie die alkalische Lösung der Harzsäuren von vegetabilischer Leimung (63, c). unlösliche Farbstoffe werden zum größten Teil bei der alsbald zu besprechenden Zerkleinerung des Papiers abgeschieden. Eine Ausnahme machen Anilinschwarz und Druckerschwärze. Das Grau, welches durch sie hervorgerufen wird, ist auf keine Weise zu entfernen.

www.libtool.com.cn

III. Untersuchung des Papiers in auffallendem Licht.

65. Gefüge des Papiers. Besichtigung in auffallendem Licht kann dienen, eine Vorstellung von dem Gefüge an der Oberfläche des Papiers zu gewinnen. Stark glänzendes Papier pflegt reichlich mit Kleb- und Füllstoffen versehen zu sein, welche die Fasern zum großen Teil verdecken. Um eine richtige Vorstellung von dem Gefüge zu erhalten, muß man diese schönenden Substanzen entfernen, dabei aber gewaltsames Kochen vermeiden, um die Fasern möglichst wenig aus ihrer Lage zu bringen. Man reiße von einem Streifen von 10—15 mm Breite ein Stück von 15—20 mm Länge ab, befeuchte dasselbe mit Ammoniakflüssigkeit und kochte nach Zusatz eines großen Tropfens Wasser eine halbe Minute lang. Hierbei ist zu beachten, ob das Wasser getrübt wird, was bei gutem Papier nicht der Fall sein soll, und ferner überzeuge man sich, nötigenfalls unter schwacher Vergrößerung, ob sich Fasern in erheblicher Menge ablösen. Man wird dies bei vielen Schreibpapieren (auch bei geschöpftem Lumpenpapier) wahrnehmen. Der Fabrikant hat sich dann zu sehr auf die starke Leimung verlassen, und nicht bedacht, daß Feuchtigkeit die guten Eigenschaften eines solchen Papiers wesentlich beeinträchtigen wird. Nach dem Aufkochen wird das ammoniakalische Wasser abgezogen und abgesaugt, das Papier mit einigen Tropfen Alkohol gewaschen und hiernach durch Absaugen mit Filterpapier und gelindes Erwärmen getrocknet. Die mikroskopische Besichtigung, welche 40 bis 60 fache Vergrößerung und helles Oberlicht erfordert, lehrt bei Vergleichung mit einem ungekochten Papierstückchen, daß die meisten Papiersorten durch Entfernung der Kleb- und Füllstoffe viel von der Gleichförmigkeit ihrer Oberfläche einbüßen. Sie zeigen zahlreiche Vertiefungen, ungleichmäßig verteilt und von ungleicher Weite und Tiefe, vereinzelt kommen sogar durchgehende Löcher vor. Einzelne Sorten, von welchen man verlangt, daß sie Flüssigkeiten aufnehmen sollen ohne dieselben zu verunreinigen und welche zugleich geringe Durchlässigkeit besitzen müssen, machen eine Ausnahme. Hierher gehören photographische Papiere und Aquarellpapiere, welche sich durch verhältnismäßig dünne Fasern (am abgerissenen Rande freiliegend) und durch Kleinheit und gleichmäßige Verteilung der Grübchen auszeichnen. Vereinzelt wurde ähnliches Gefüge an

~~hochfeinem~~^{Kleppo} Druckpapier angetroffen. Sehr verbreitet ist unvollkommener Parallelismus von einem Teil der Fasern nach einer Richtung. Er scheint dem Maschinenpapier eigen zu sein, und mit ihm dürfte das Vorkommen ungleich großer und ungleichmäßig verteilter Lücken, sowie die ungleiche Festigkeit und Dehnbarkeit in der Längs- und Querrichtung in Zusammenhang stehen. Verfilzung im gewöhnlichen Sinne des Worts ist gewiß nicht die Ursache des Zusammenhaltens der Fasern, denn hierfür ist die Kräuselung bei den meisten derselben ganz ungenügend. Ob Verflechtung durch Zerfaserungsprodukte statthat, ist an Flächenansichten nicht auszumachen. Querschnitte sind von dickem Zeichenpapier ohne Schwierigkeit anzufertigen, und selbst von festem Filtrerpapier erhält man ohne Anwendung von Klebmitteln brauchbare Schnitte, wenn man die Kante, an welcher das Messer angesetzt werden soll, scharf umknifft. Die Untersuchung wird durch schwache Färbung mit Methylenblau wesentlich erleichtert. Man hat 150—200 fache Vergrößerung und durchgehendes Licht anzuwenden. Die Abbildung Fig. 32, Taf. III stellt die halbe Dicke eines starken Zeichenpapiers¹⁾ bei 200 facher Vergrößerung, die Abbildung Fig. 31, die ganze Dicke von festem Filtrerpapier bei 150 facher Vergrößerung dar. In dem Zeichenpapier macht sich Schichtung parallel zur Oberfläche geltend, mit flachen Hohlräumen zwischen den Schichten. Die Verbindung und Dichtung ist offenbar durch die zahlreichen Fibrillen hergestellt, welche stellenweise zu wirren Knäueln angehäuft sind. Der Querschnitt des Filtrerpapiers macht mehr den Eindruck eines unvollkommenen Flechtwerks; die Fibrillen sind kurz und spärlich, nirgends zu Knäueln angehäuft. Weiterem Eingehen auf diesen interessanten Gegenstand stellt sich das Bedenken entgegen, daß die Beobachtungen noch zu gering an Zahl und zu jungen Datums sind.

66. *Untersuchung auf Rohjute und Holzschliff.* Jute und Holzschliff lassen sich durch die weiter oben (38) besprochenen Holzstoffreagentien ohne Auskochen und Zerteilung des Papiers sichtbar machen. Nimmt man das Mikroskop zu Hilfe, so erscheinen die einzelnen Teilchen mit so guter Begrenzung, daß Zählung und Schätzung ganz tunlich scheint. Als färbendes Reagens dient für gelbes und graues Papier das Chlorhydrat von m-Phenyldiamin, welches rot-

¹⁾ Lose Fasern dieses Papiers in Fig. 14, § 12.

braun färbt, für bläuliches, grünliches und hellbraunes das Sulfat von Dimethyl-p-Phenyldiamin (*p*-Amidodimethylanilin), welches karmoisinrote Färbung hervorbringt. Für rötliche und dunkelfarbige Papiere ist die gelbe Färbung geeignet, welche man mit dem Chlorhydrat von β -Naphtylamin erhält.

Bei Ausführung der Versuche kann man in folgender Weise zu Werke gehen. Ein Stück des zu untersuchenden Papiers von etwa 20 mm Länge und 10 mm Breite wird an den Schmalseiten auf einen Objektträger geklebt und in der Mitte, ohne das Trocknen des Leims abzuwarten, mit einer verdünnten Lösung des Reagens (etwa 1:50) dünn überstrichen. Bauscht es sich, so wird es wieder straff gezogen und nun durch gelindes Erwärmen getrocknet. In halb trockenem Zustande kann es durch Andrücken eines erwärmten Objektträgers vollends geebnet werden. Zum Absuchen bediene man sich eines Objektivs, welches mindestens 20 mm Objektabstand hat. Ein Spiegelchen von etwa 15 mm Breite und 25—30 mm Länge leistet hierbei durch Verstärkung der Beleuchtung vortreffliche Dienste. Es erhält als Fuß an der Rückseite einen im Winkel von 80° gebogenen Streifen Zink- oder Messingblech angekittet, von dem zwei Zipfel um das Glas herumgebogen sind, um es vollends festzuhalten. Diese kleine Vorrichtung wird auf den Objekttisch zwischen das Objektiv und den Ständer des Stativs gesetzt, so daß die spiegelnde Fläche ein wenig gegen das Objektiv geneigt ist, und nahe an dasselbe herangeschoben.¹⁾ Die Helligkeit wird hierdurch in solchem Maße verstärkt, daß auch bei trüber Luft 80 fache Vergrößerung angewendet werden kann, und Unterscheidung von Jute und Holzschliff in den meisten Fällen gelingt. Für Zählung lege man auf das Präparat ein dünnes Metallplättchen mit einer quadratischen Öffnung von 1,5 oder 2 mm Kantenlänge.

Andere Gemengteile in dieser Weise aufzusuchen ist bis jetzt nicht gelungen, da die Leimung des Papiers bei Anwendung von Jod und von Farbstofflösungen Störungen zuwegebringt.

¹⁾ Fig. 83, Taf. II ist in dieser Weise nach einem Holzschliff enthaltenden Briefpapier gezeichnet.

www.libtool.com.cn

IV. Zerfaserung des Papiers.

67. *Abgekürztes Verfahren für kleine Proben.* Ist es nur um Ermittelung der in größerer Menge anwesenden Faserstoffe zu tun, so kann man sehr schnell und mit unbedeutender Schädigung des Untersuchungsobjekts zum Ziel gelangen. Man setzt einen Tropfen Wasser auf das Papier und reibt es in kurzen parallelen Strichen mit einer ziemlich flach gehaltenen Präpariernadel. Nach einigen Sekunden hat sich ein Häufchen loser Fasern angesammelt, welche man mit der Nadel abhebt und mit Hilfe einer zweiten Nadel auf einem Objektträger in einem Tropfen Wasser zerzupft. Kleb- und Füllstoffe bleiben größtenteils in dem Wasser, welches sich auf dem Papier befindet. Will man ganz sicher gehen, so kann man die Fasern auf dem Objektträger mit ein wenig Alkali erwärmen und durch zweimaliges Absaugen auswaschen. In einzelnen Fällen, wo es gilt, die Reinheit von Leinen- und Hanfpapier festzustellen, kann Absaugen mit Filterpapier unstatthaft sein, hier hilft man sich durch einen Kunstgriff, welcher auch bei Versuchen mit größeren Tropfen von Farbstofflösungen von Nutzen ist. Man zieht auf dem horizontal gehaltenen Objektträger mit einem Platindraht oder einem dünnen Glasstäbchen einen kleinen Tropfen Wasser zu einem Flüssigkeitsfaden aus, der schließlich mit dem Probetropfen in Berührung gebracht wird, schiebt die Fasern in einer Ecke des Objektträgers zusammen, legt davor das Stäbchen flach an und neigt den Objektträger so, daß die Flüssigkeit in dem vorgezeichneten Kanal abläuft. Die letzten Anteile bringt man zum Ablauen, indem man den Glassstab langsam aufrichtet. Mit einiger Aufmerksamkeit bringt man es bald dahin, daß nur vereinzelte Fäserchen mitgeführt werden.

68. Zerteilung größerer Proben.

a) Für eingehende Untersuchung ist es nötig, ein Stückchen Papier von 2—3 qcm vollständig zu zerteilen und dabei Kleb- und Füllstoffe zu entfernen. Die Probe wird in Stückchen von 5 mm zerrissen, und diese werden mit einprozentiger Natronlauge gekocht. Drei- bis viermaliges Aufkochen ist ausreichend, um Harzleimung in Lösung zu bringen und man hat alsdann, bei Anwendung einer so stark verdünnten Lauge, keine Ursache, Zerstörung von Wolle und Seide zu fürchten. Durch mehrmaliges Auswaschen mit heißem Wasser verschwindet eine gelbliche Färbung der Masse, wenn die Färbung durch

Zersetzung wohlb Harzleim veranlaßt war. Ist Holzschliff zugegen, so bleibt ein stumpfes Gelb bestehen.

b) Die Zerfaserung wird am besten durch Schütteln mit Wasser in einem zur Hälfte gefüllten zylindrischen Fläschchen bewerkstelligt. Durch Zugabe von Porzellankügelchen oder Granaten, wie die Charlottenburger Prüfungsanstalt vorschreibt, wird die Zerteilung beschleunigt. Diese Zusätze haben den Übelstand, daß man im ungewissen sein kann, ob nicht durch dieselben Fasern von einer Probe in die andere verschleppt werden und ob nicht Glas- und Stein-splitterchen in die Proben gelangen. Nach einigen Versuchen wurde in einer Spirale aus steifem Draht ein wirksames und einwurfsfreies Hilfsmittel zur Zerfaserung der Papierstückchen gefunden. Hartgezogener Eisendraht von 0,5—0,7 mm Dicke ist hierfür geeignet, besser ist Nickeldraht, welcher dem Rosten nicht unterworfen ist. Hat man die Gelegenheit, so plätte man den Draht in einem Walzwerk auf $\frac{2}{3}$ der anfänglichen Dicke. Er rollt sich dann gleichmäßiger und gewinnt an Wirksamkeit. Man rollt den Draht in Schraubenwindungen um einen Bleistift oder um ein Glasrohr von passender Dicke, zieht die Schraube auf die Länge des Schüttelzyinders aus, drückt die Enden nach einwärts und biegt die Hohlschraube zu einem Sechstelkreis. Hiermit wird bezweckt, daß die Enden und die Mitte gegen das Glas geklemmt sind und zugleich, daß die Flüssigkeit bei dem Schütteln nirgends ungehemmten Durchgang findet. Man schiebt zuerst die Spirale in den Schüttelzyinder, bringt alsdann die Papierstückchen ein, spült mit Wasser nach und füllt damit bis zu halber Höhe des Schüttelzyinders auf. Die Zerfaserung erfolgt schnell und die Fasern werden gründlich gespült, da sie größtenteils um die Drahtwindungen geschlungen sind. Kann man sich mit Material für eine Anzahl von Präparaten der Fasern begnügen, so wird das Wasser mit den darin aufgeschwemmten Fasern und Füllstoffen weggegossen, das Schütteln mit reinem Wasser wiederholt, und man hat nun an der Spirale gut gespültes Material für eine große Zahl von Präparaten. Will man das sämtliche Material sammeln, so wird der Zyinder in einen Retortenhalter gespannt, die oberste Windung der Spirale mit einer Klemmpinzette gefaßt, eine zweite Pinzette unter leichtem Druck von der Seite her um diese Windung gelegt, und nun die Spirale herausgeschraubt, wobei die lose angelegte Pinzette die Fasern abstreift. Nachdem fünf oder sechs Windungen gereinigt sind, läßt

man die Klemmpinzette fahren und dreht aus freier Hand weiter. Die Spirale wird in einem weiten Zylinder mit Wasser geschüttelt, getrocknet¹⁾ und gebürstet. Sicherheitshalber kann man sie vor abormaligem Gebrauch rasch durch eine Bunsenflamme ziehen; versengte Fäserchen sind dann leicht durch Überfahren mit einem Staubpinsel zu entfernen.

c) Scheidung der Fasern von dem trüben Wasser ist am leichtesten durch Anwendung von Wärme zu erreichen. Man schüttet die milchige oder dünnbreiige Masse in ein halbkugeliges Porzellschälchen (am besten gestielt), spült mit so viel Wasser nach, daß das Schälchen nahezu gefüllt wird und erwärmt rasch zu beginnendem Sieden. Dabei zieht die Fasermasse sich von der Wandung der Schale zurück und kommt an die Oberfläche, so daß man die trübe Flüssigkeit abgießen kann, wobei die Fasern mit einem Löffel zurückgehalten werden, oder sie mit einem Sieblöffel herausschöpfen. Letzteres Verfahren ist vorzuziehen, wenn man nach schweren Beimengungen (Sand, Schwerspat) suchen will. Behufs vollständiger Abscheidung der Füllstoffe kann das Schütteln und Ausschöpfen wiederholt werden.

69. Untersuchung des Spülwassers.

a) Statt wie in 61, 62 und 64 gelehrt wurde, Füll- und Farbstoffe in besonderen Papierproben zu ermitteln, kann man die meisten derselben in dem Wasser auffinden, welches zum Zerfasern und Spülen gedient hat. Für mehrere der fraglichen Substanzen (Quarz, Schwerspat, Ultramarin und Smalte, schwer lösliche organische Farbstoffe) bietet dies Verfahren mehr Aussicht auf Erfolg als das oben beschriebene. Man kann das trübe Wasser mehrere Stunden lang absetzen lassen und hiernach vorsichtig abgießen. Schneller kommt man mit Ausschleudern zum Ziel, welches in zwei bis drei Minuten einen festanliegenden Bodensatz liefert, in welchem die Füllstoffe nach mikrochemischen Methoden zu suchen sind.

b) Zusatz von Salpetersäure (unter Deckglas) löst Kreide und Bleiweiß unter Gasentwickelung (Mikr. An. 40, b). Auskochen mit sehr verdünnter Salzsäure löst Gips, welcher durch Einengen zur Kristallisation gebracht wird (61). Bei gelbbrauner und schmutzigroter Farbe des Bodensatzes hat man Ursache, nach Eisen zu suchen (62), bei blauer und grünlicher Farbe auch nach Ultramarin,

¹⁾ Am schnellsten in einem schräg gehaltenen heißen Lampenzylinder.

seltener nach ~~www.Smalte.com~~ Man sucht dann in einem Teil des Bodensatzes nach Kreide, in einem anderen nach Ultramarin. Ist Kreide anwesend, so wird der größte Teil derselben mittels Essigsäure ausgezogen, wobei die Farbe des Niederschlages dunkler wird, alsdann wird ein Tröpfchen Schwefelsäure zugesetzt und das Präparat für fünf Minuten mit einer blank geputzten Silbermünze bedeckt. Ein brauner Fleck auf dem Silber zeigt Ultramarin an. Smalte bleibt nach dem Ausziehen des Gipses mit Schwerspat, Ton und Quarz zurück, in Gestalt blauer, durch starke Säuren nicht veränderter Glassplitter, die bei mikroskopischer Untersuchung des Rückstandes so gleich ins Auge fallen. Will man darin die Anwesenheit von Kobalt nachweisen, so kann man mit einer in Glyzerin getauchten Nadel aus dem getrockneten Rückstand auslesen und die bekannte Lötrohrreaktion in einer Boraxperle anwenden, oder nach Aufschließung mit Natriumkarbonat mikrochemische Reaktionen (Mikr. An. 11, a, b). Quarz, in Körnern und Splittern wird an den reinen und starken Polarisationsfarben zwischen gekreuzten Nikols erkannt. Gemahlener Schwerspat polarisiert auch recht stark, ist aber leicht von Quarz zu unterscheiden, welchem Spaltbarkeit abgeht, während auch die kleinsten Stückchen Schwerspat unverkennbare Spaltflächen zeigen. Permanentweiß polarisiert schwach, wie Ton, von welchem es unter dem Mikroskop nicht zu unterscheiden ist. Von dem mikrochemischen Nachweis dieser Substanzen ist bereits (61, 62) die Rede gewesen. Sind so viele Fasern mit den Füllstoffen gemengt, daß sie störend werden, so muß man vor der Anwendung von polarisiertem Licht einäschern, darf hierbei aber nicht über Dunkelrotglut hinausgehen, weil sonst Schwerspat schmelzen und Quarz trübe werden könnte.

c) Die schwach getrübte Flüssigkeit, welche nach dem Schleudern abgegossen ist, enthält lose Flocken feinzerrissener Fasern und an diesen haftend sehr kleine Teilchen von Füllstoffen. Sie kann auch durch Farblacke und feine Teilchen von Ultramarin und Berlinerblau gefärbt sein. Abdampfen auf ein Drittel des Volumens pflegt die Flocken größer zu machen. Man versucht dann nochmals Abscheidung durch Ausschleudern; im Notfall filtriert man durch ein möglichst kleines Filter und verfährt mit dem gefärbten Teil desselben nach 64.

www.libtool.com.cn

V. Unterscheidung der Papierfasern.

A. Gruppenteilung mit Hilfe von Jodpräparaten.

(Man vgl.: W. Herzberg, Papierprüfung. Berlin, Jul. Springer, 3. Auflage, 1907.)

70. *Gruppenteilung mittels Jodlösung.* Nach Herzberg färbt eine Lösung von Jod, welche auf 20 ccm Wasser 2 g Jodkalium, 1,15 g Jod und 2 ccm Glyzerin enthält:

Holzschliff und Rohjute gelb	Gruppe 1,
Zellstoffe von Jute, Holz, Stroh, Esparto werden grau bis graubraun	Gruppe 2,
Cotonisierte Ramie, Baumwolle, Flachs, Hanf werden bräunlich gefärbt	Gruppe 3.

Die Färbung in Gruppe 1 läßt an Schnelligkeit und Stärke nichts zu wünschen übrig, auch hält sie lange an, nach 24 Stunden hat sie noch nichts von ihrer Lebhaftigkeit eingebüßt. Dasselbe Verhalten wie Holzschliff und Jute zeigen Wolle und Seide.

In Gruppe 2 ist anzumerken, daß nur völlig gebleichter Zellstoff in Jodlösung von der angegebenen Konzentration farblos bleibt. Halbgebleichter, sogen. Sekundazellstoff nähert sich in seinem Verhalten der Gruppe 1.

Das Verhalten von Gruppe 3 wird Anlaß gegeben haben, nach einem anderen Reagens für Gruppenteilung zu suchen. Die Braunkärbung der Fasern dieser Gruppe ist nicht entfernt so schön, wie die gelbe Färbung auf den Fasern von Gruppe 1. Mit verdünnten Lösungen des Reagens erhält man nur Spuren von Färbung.

71. *Gruppenteilung mittels Chlorzink-Jodlösung.* In allgemeinem Gebrauch ist eine Lösung¹⁾, welche Baumwolle weinrot bis violettlichrot färbt (Fig. 22, Taf. I).

Gruppe 1. Wolle, Seide, Jute, Holzschliff. — Gelb bis bräunlichgelb. Ungebleichter Hanf bald gelb, bald grünlich.

Gruppe 2. Baumwolle, Flachs, gebleichter Hanf, cotonisierte Ramie. — Bräunlichrot (bordeauxrot) bis violettlichrot.

¹⁾ 90 T. einer Lösung von Zinkchlorid in Wasser vom spez. Gew. 2,0; 6 T. Kaliumjodid; 10 T. Wasser und Jod im Übermaß. Oder, nach Höhnel: 1 T. Jod, 5 T. KJ, 30 T. $ZnCl_2$, 14 T. Wasser. Färbt blauviolett.

Gruppe 8. ~~Wasserstoff~~ Zellstoff von Stroh, Esparto, Holz, Jute und Manilla-zellstoff. — Blau bis blauviolett.

Hanf ändert seine Stellung je nach dem Grade von Bleichung; dasselbe gilt von Zellstoff. Sekundazellstoff kommt zwischen Gruppe 2 und 3 zu stehen, er kann gleiche Färbung mit Baumwolle annehmen.

Weiter ist zu bemerken, daß die Färbungen in hohem Grade von dem Wassergehalt des Reagens und der Faserprobe abhängig sind. Bei zu großem Gehalt an Zinkchlorid färbt das Reagens auch den Flachs blau, bringt an den Fasern von Gruppe 2 Quellungen hervor und zerstört die Fasern von Gruppe 3. Wird es hingegen durch zu großen Wassergehalt der Fasern in ungehörigem Maße verdünnt, so erhalten die Fasern von Gruppe 3 eine rotviolette, die von Gruppe 2 eine bräunliche oder gelbliche Farbe.

Hat man die Lösung des Reagens in einem mit Marken versehenen Proberöhrchen durch wiederholten Zusatz kleiner Wassertropfen, Umschütteln und Eintauchen angefeuchteter und zwischen Filtrerpapier ausgedrückter Baumwollfasern abgestimmt und nach diesen Versuchen den Inhalt der Vorratsflasche auf den richtigen Wassergehalt gebracht, so läßt sich gut damit arbeiten. Man sauge die Probe möglichst vollständig mit glatt abgeschnittenen Streifen Filtrerpapier ab, setze einen reichlich bemessenen Tropfen des Reagens auf, verteile mit einem Platindraht oder einem spitzigen Glasstäbchen und lege ein Deckglas auf. Ohne Deckgläser fällt die Farbe am Rande der Propetropfen schwächer aus als in der Mitte, und die Präparate bleiben nur 10 Minuten lang in gutem Zustande. Unter Deckgläsern halten sie sich einen halben Tag lang unverändert, jedenfalls lange genug, um Zählungen ausführen und Zeichnungen machen zu können.

Bei sorgfältiger Ausführung der Versuche mit Chlorzink-Jodlösung kann man kleine Unterschiede in der Färbung von Flachs und Baumwolle und in der Färbung der Zellstoffe von Holz und von Stroh wahrnehmen. Flachs nimmt einen mehr bräunlichen Farbenton an, und Holzzellstoff erscheint neben den rein blau gefärbten Strohzellen violettlich. Ein geübter Beobachter mit feinem Unterscheidungsvermögen für Farben wird hiervon Nutzen ziehen können, für allgemeine Anwendung sind diese Farbenunterschiede zu fein und auch zu sehr von Zufälligkeiten abhängig, von ungleicher Beschaffenheit und un-

gleicher Zerfaserung der Lumpen und von ungleicher Bleichung zusammen verarbeiteter Partien Zellstoff.

72. *Unterscheidung der einzelnen Faserstoffe mit Hilfe von Chlorzink-Jodlösung.* Bei Anwendung von Jod-Jodkaliumlösung (70) ist man für die Erkennung der einzelnen Faserstoffe wesentlich auf morphologische Kennzeichen angewiesen, allenfalls kann man noch das eine oder andere Reagens für Holzstoff (38) zu Hilfe nehmen. Mit der Methode, welche sich auf die Anwendung von Chlorzink-Jodlösung stützt, ist es besser bestellt. Auch hier stehen die morphologischen Kennzeichen im Vordergrunde, ihre Anwendung ist aber durch die weitergehende und zuverlässigere Gruppenteilung wesentlich erleichtert. Wolle ist an der Färbung, der Form und Oberfläche beschaffenheit leicht und sicher zu erkennen, und dasselbe kann von Holzschliff gesagt werden. Für sichere Erkennung von Rohjute neben Holzschliff ist man auf morphologische Kennzeichen dünner Fasern und isolierter Zellen (13) angewiesen. Jutezellstoff zeigt in der Regel die blaue Färbung nicht so überzeugend als Holzzellstoff, meistens werden die Fasern sehr ungleichmäßig gefärbt, und dieser Umstand, gefügt bei der Gestalt des Hohlraumes, kann meistens zur Erkennung von Jutezellstoff führen, obwohl der Nachweis hiervon Schwierigkeiten darbieten kann. Auch Hanf kann ernstliche Schwierigkeiten machen. In ungebleichtem Zustande nimmt er ähnliche Färbung an wie Jute, in gebleichtem Zustande verhält er sich wie Flachs. Zumal in diesem letzteren Falle häufen sich die Schwierigkeiten, da die morphologischen Kennzeichen der Unterscheidung wenig Anhalt bieten und auch die Quetschung und Zerreißung bei Hanf und Flachs gleichen Verlauf nimmt (vgl. §§ 11, 12, Fig. 6 u. 9). Man geht wohl nicht zu weit, wenn man sagt, daß die Unterscheidung in stark zerkleinertem (schmierig gemahlenem) Zustande unmöglich werden kann. Für die Unterscheidung zwischen Flachs und Baumwolle und zwischen Holz- und Strohzellen hat man neben den morphologischen Kennzeichen (10, 11; 17, 19) an den weiter oben (71) besprochenen feinen Farbenunterschieden einen Anhalt, auf den man sich indessen nicht allzusehr verlassen darf. Die starke Seite der Methode ist die schnelle und leichte Unterscheidung der vegetabilischen Spinnfasern von Zellstoff. Hierbei wird vorausgesetzt, daß die Spinnfasern in gut erhaltenem Zustande zugegen sind und der Zellstoff gut gebleicht. Alsdann entsteht mit Chlorzink-Jodlösung ein Farbenunter-

schied, ~~welcher~~ stark genug ist, um von den meisten Beobachtern ohne irgend welche Unsicherheit wahrgenommen zu werden und der das Auge nicht ermüdet. Halbgebleichter Zellstoff (Sekundärzellstoff) kann Schwierigkeiten machen. Er nimmt eine rötliche Farbe an, welche derjenigen, welche das Reagens auf Baumwolle hervorbringt, recht ähnlich ist, und man ist wieder in der Lage, sich mit morphologischen Kennzeichen helfen zu müssen. Übrigens sei hier nochmals auf die Anwendung der Kalziumnitrat-Jodlösung von Selleger hingewiesen, welche besonders für die Unterscheidung von den verschiedenen Zellstoffarten von Wichtigkeit ist.

In den aus unvollkommen gehecheltem Flachs (s. § 11 und Fig. 5) dargestellten Papieren, sowie aus solchen, welche aus den schävigen russischen Lumpen unter starker Bleichung angefertigt wurden, findet man Teile, welche sich mit Chlorzinkjod rein Blau färben. Es kann das Vorkommen solcher Schäven zur Vermutung Veranlassung geben, daß für die Darstellung der Papiere nicht ausschließlich Lumpen verwendet wurden, während dies in Wirklichkeit doch der Fall war.¹⁾ Allerdings werden solche Schäven niemals in bedeutender Menge angetroffen und selten findet man mehr als einzelne Prozente. Findet man also eine solche geringe Quantität sich mit Chlorzinkjod blau färbenden Bestandteilen, so sei man mit seinem Urteil vorsichtig, besonders weil eine absichtliche Beimischung solcher geringer Quantitäten Holzzellstoff für den Fabrikanten keinen nennenswerten Vorteil bedeuten sollte. Doch muß bemerkt werden, daß die allerbesten Schreibpapiere solche Bestandteile nicht enthalten. Fasern von Papier, welches aus alten Lumpen hergestellt ist, zeigen mit Chlorzink-Jodlösung abweichendes Verhalten, welches durch starke Quetschung und Zerreißung (schmierige Mahlung) gesteigert wird. Der Unterschied in der Färbung der Spinnfasern und des gebleichten Zellstoffs verliert hier viel von seiner Schärfe. Die Fibrillen, welche von beschädigten Flachsfasern abspreizen (11, Fig. 13) und die wolligen Flocken verfilzter Fibrillen, woran derartige Papiere (Dokumentenpapier, photographisches Papier) reich sind, erhalten violette und bläuliche Farbtöne, nicht selten sind Faserstücke rein blau gefärbt, die auf Grund ihres Gefüges für zerquetschten Flachs gelten müssen, hin und wieder finden sich auch unbeschädigte violett und blau gefärbte Stücke von Flachs- und

¹⁾ Man vergleiche: Selleger, Irrtümer bei der Prüfung von Normalpapieren. Der Papierfabrikant. 1905. S. 265.

Baumwollfaserh¹⁾ anderen abnormales Verhalten (auch bei Versuchen mit Teerfarbstoffen hervortretend) wohl auf Rechnung weitgetriebener Bleichung (Bildung von Oxyzellulose) während langen Gebrauchs der Gewebe zu bringen ist. Schiebt man auch hier die morphologischen Kennzeichen vor, so gelangt man auf den Standpunkt von Wiesner, dem es für ausgemacht gilt, daß mit Reagentien an gebleichten Fasern nichts zu erreichen ist. Mir scheint, daß man die Sache nicht so leicht aufgeben darf, und ich glaube auch, daß ein Ausweg zu finden ist, durch weiter getriebene Verdünnung der Chlorzink-Jodlösung. Geht man mit dem Zusatz von Wasser so weit, daß Baumwolle noch entschieden rötlich gefärbt wird (ein rötliches Mahagonibraun), so wird der Unterschied in der Färbung der zerrissenen Flachsfasern und des Zellstoffs stärker. Die ersteren erscheinen nun in einem trüben bräunlichen Rot, während das Violett des Holzzellstoffs kaum eine Veränderung erlitten hat. Freilich könnte man geltend machen, daß hiermit die Schwierigkeit nicht weggeschafft, sondern nur von einer Stelle zur andern verschoben wurde, weil jetzt unversehrter Flachs und Hanf entschieden braun erscheinen, infolge des Überwiegens der färbenden Wirkung des freien Jods über die hydrolyzierende Wirkung des Chlorzinks. Allein es ist auch zu erwägen, daß Verwechslung von gebleichtem Flachs und Hanf mit ungebleichtem Hanf und Jute viel weniger zu fürchten ist als Verwechslung gebleichter Fasern untereinander, die überdies durch Quetschung und Zerreißung unkenntlich gemacht waren. Wohl kann man die Frage stellen, ob nicht angesichts der beregten Schwierigkeiten andere, wenngleich weniger schnell wirkende Reagentien an die Stelle der Chlorzink-Jodlösung zu setzen wären, Reagentien von bleibender Wirkung, welche keine wirksamen Bestandteile abdunsten lassen, welche weniger empfindlich gegen Verdünnung sind und welche nicht die unbedeckende Eigenschaft besitzen, Metall, welches damit in Berührung gekommen ist, durch tief einfressende Rostflecke zu verunzieren. Ich bin auf dem Punkt gewesen, diese Frage mit ja zu beantworten, muß mich aber jetzt, nach eingehender Untersuchung der Wirkung verdünnter Lösungen, zu der Überzeugung bekennen, daß geübte und besonnene Beobachter damit gut werden arbeiten können. Die Verlegung des Schwerpunktes in die Wahrnehmung

¹⁾ Ausführlicher abgehandelt in den Aufsätzen von Dr. P. Klemm über Schwierigkeiten der Papieruntersuchung in Papierzeitung, XX, No. 25, 26.

kleiner Einzelheiten des Gefüges, oft nur Entstellungen desselben durch mechanische Eingriffe der Fabrikation, macht den Gebrauch starker Vergrößerungen und damit beträchtlichen Aufwand an Zeit und Arbeitskraft für das Absuchen der Präparate zu einem unvermeidlichen Übel. Es ist darauf hingewiesen worden, daß in schmierig gemahlenem Papierzeug dennoch ein ansehnlicher Rest von Faserstückchen bleibt, welcher nicht mit Sicherheit bestimmt werden kann. Dies halte ich für vollkommen richtig und schließe mich auch der Auffassung an, daß von quantitativer Analyse, im Sinne des analytischen Chemikers, mit Hilfe von Chlorzink-Jodlösung und Mikroskop, keine Rede sein kann, sondern nur von einer, je nach der Übung des Beobachters und der aufgewendeten Zeit mehr oder weniger ange nähernden Schätzung, deren Ergebnisse man Kürze halber in Prozenten mitteilt. Aber zugleich möchte ich meine Überzeugung aussprechen, daß an diesem Stand der Dinge durch Hinzuziehung anderer Reagentien und Untersuchungsmethoden nur insoweit zu ändern und zu bessern sein wird, als dadurch die Arbeit erleichtert und abgekürzt werden kann. Für schnelle Orientierung über die Gemengteile einer Papiermasse leistet Chlorzink-Jodlösung in Händen eines geübten Beobachters Vorzügliches und kann Praktikern, welche ein Universalreagens verlangen und über einen Handlanger für das lästige Reinigen der vielen Deckgläser verfügen können, warm empfohlen werden.

B. Gruppenteilung mit Hilfe von polarisiertem Licht und Farbstoffen.

73. Gruppenteilung nach Polarisation und Dichroismus.

a) Für die Polarisationsfarben von Papierfasern kann auf die Übersicht am Schlusse von § 28 verwiesen werden. In die unter 44 c gegebene Gruppenteilung der Spinnfasern nach Polarisationsfarben reihen die Papierfasern sich folgendermaßen ein.

1. Dicke Fasern.

1 a. Schwach polarisierend: Wolle, Manilahanf.

1 b. Stark polarisierend: Cotonisierte Ramie, Hanf, Rohjute, Holzschliff.

2. Dünne Fasern.

2 a. Schwach polarisierend: Seide, Baumwolle, Zellstoff von Holz, Stroh, Esparto.

aa. Gleichmäßig gefärbt: Seide, Zellstoff von Holz, Stroh, Esparto.

www.libtc.chemie.uni-frankfurt.de

a b. Ungleichmäßig gefärbt: Baumwolle.

2 b. Stark polarisierend: Flachs, zerfaserter Hanf, Jutezellstoff.

Wolle ist in Papiermasse nur zufällig und in kleiner Menge vorhanden, Seide wird man selten antreffen, auch die Ramie ist noch verhältnismäßig selten, obwohl dieser Faserstoff immer mehr in Anwendung kommt. Dagegen ist Manilahanf gar nicht selten; wahrscheinlich ist er meistens mit Hanf und Jute verwechselt worden.

b) Zieht man neben den Polarisationsfarben den Dichroismus in Betracht, welcher nach Färbung mit Kongorot oder Benzoazurin auftritt, so zerfällt 1 b in:

1 b α. Nicht dichroitisch: Holzschliff.

b β. Mittelmäßig dichroitisch: Rohjute.

b γ. Stark dichroitisch: Hanf und cotonisierte Ramie.

2 a zerfällt in:

2 a a α. Nicht dichroitisch: Espartozellen.

a a β. Schwach dichroitisch: Holzzellen.

a a γ. Stark dichroitisch: Strohzellen.

2 a b. Schwach dichroitisch: Baumwolle.

2 b zerfällt in:

2 b α. Sehr stark dichroitisch: Flachs, zerfaserter Hanf.

2 b β. Mittelmäßig dichroitisch: Jutezellstoff.

74. Gruppenteilung mit Hilfe von Farbstoffen.

a) Dieselbe Faserprobe, welche zur Voruntersuchung in polarisiertem Licht gedient hat, kann weiter für einen Färbungsversuch mit Malachitgrün und Kongorot (45) benutzt werden. Gilt es, an Zeit und Material zu sparen, so kann man die Prüfung auf Dichroismus (73 b) in den Färbungsversuch einschieben, wobei man folgendermaßen zu Werke geht. Nachdem die Polarisationsfarben aufgezeichnet sind, färbt man (nach 46 a) mit Malachitgrün¹⁾, wäscht aus und zeichnet das Ergebnis dieser Färbung auf. Es folgt sodann die zweite Färbung (46 b) mit Kongorot, deren Ergebnis nun zweimal beobachtet wird, zuerst in gewöhnlichem Licht, zur Feststellung der stattgehabten Umfärbung (45, Gruppe B), danach mit eingeschobenem Objektischnikol, zur Beobachtung und Schätzung des Dichroismus.

¹⁾ Selbstverständlich nur in dem Fall, daß die Voruntersuchung Anzeichen von Gruppe 1 ergeben hat. Sonst geht man sogleich zur Färbung mit Kongorot über.

Gruppe A. Durch Malachitgrün wasserecht gefärbt:

Seide, Wolle, Rohjute, Holzschliff.

A a. Durch aromatische Amine nicht umgefärbt: Seide, Wolle.

A b. Durch Amine umgefärbt: Rohjute, Holzschliff.

Gruppe B. Durch Malachitgrün halbecht gefärbt:

Hanf, Manilafaser, halbgebleichter Zellstoff.

B a. Stark polarisierend und stark dichroitisch: Hanf.

B b. Schwach polarisierend und wenig dichroitisch: Manilafaser, Esparto.

B c. Schwach polarisierend, deutlicher Dichroismus: Holz- und Strohzellen.

Gruppe C. Unecht mit Malachitgrün, vollständige Umfärbung durch Benzidinfarbstoffe.

Hierher gehören: Baumwolle, Flachs, gebleichter Hanf, cotonisierte Ramie, gebleichter Zellstoff von Holz, Stroh, Jute und Esparto.

C a. Schwach polarisierend: Baumwolle, Zellstoff von Holz, Stroh, Esparto.

a a. Schwacher Dichroismus: Baumwolle, Esparto.

a a α. Polarisationsfarbe gleichmäßig: Esparto.

a a β. Polarisationsfarbe ungleichmäßig: Baumwolle.

a b. Deutlicher Dichroismus: Holzzellen.

a c. Starker Dichroismus: Strohzellen.

C b. Stark polarisierend: Flachs, Hanf, Zellstoff von Jute, cotonisierte Ramie.

b a. Sehr starker Dichroismus: Flachs, Hanf, cotonisierte Ramie.

b b. Mittelmäßiger Dichroismus: Zellstoff von Jute.

b) Für die Beobachtung genügt meistens 60—80 fache Vergrößerung, nur ausnahmsweise, für die Untersuchung sehr kleiner Faserstückchen, ist dieselbe auf 150 bis 200 zu steigern. Diese Herabminderung der Vergrößerung auf die Hälfte derjenigen, welche für das Verfahren mit Chlorzink-Jodlösung üblich ist, wird durch die viel weiter gehende Gruppenteilung möglich gemacht; sie sichert dem neuen Verfahren den Vorzug kürzerer und leichterer Arbeit, bei welcher Augen und Wahrnehmungsvermögen des Beobachters geschont werden. Das Zusammenwirken von Polarisation und Färbung ist hier

einwurffrei, weil keines der in Anwendung kommenden Reagentien Veränderungen in den Kohäsionsverhältnissen der Fasern herbeiführen kann.

c) Gruppe A. Durch die Färbung mit Malachitgrün werden in vielen Papierproben kleine Stückchen von Wolle sichtbar gemacht, die man ohne dieses Untersuchungsmittel gar nicht vermutet haben würde. Ebenso hat man an dem Malachitgrün ein vortreffliches Reagens, um Jute und Holzschliff sichtbar zu machen. Holzschliff wird meistens auf den ersten Blick erkannt; um die Anwesenheit von Jute in diesem Stadium der Untersuchung festzustellen, achte man auf die dünntesten Fasern, welche nach der Färbung die charakteristische Ungleichmäßigkeit des Hohlraums leicht wahrnehmen lassen. — Auf der Grenze der Gruppen A und B stehen Manilahanf und stark verholzte Espartozellen, welche diesem Faserstoff fast niemals fehlen und seine Auffindung neben Strohzellstoff außerordentlich erleichtern. Manilahanf unterscheidet sich von Jute durch schwächere Polarisation, schwache Färbung mit Naphthylamin und m-Phenyldiamin und durch den weiten, leicht wahrzunehmenden Hohlraum.

Gruppe B. Das Grün der Fasern dieser Gruppe wird durch wiederholtes Auswaschen mit heißem Wasser merklich gebleicht, und bei andauernder Einwirkung von Kongorot erfolgt Umfärbung, wobei Mischfarben zwischen Violett, Blau und Blaugrün entstehen. Am längsten widersteht das Grün auf Manilahanf, nächstdem folgt Hanf. Beide sind leicht durch die ungleiche Polarisation und durch den starken Dichroismus zu unterscheiden, welcher nach teilweiser Umfärbung auf Hanf zum Vorschein kommt. Halbgebleichter Zellstoff zeigt bei gleicher Behandlung deutlichen Dichroismus, der indessen weit schwächer ausfällt als auf Hanf. Weiteres hierüber unter C.

Gruppe C. Wendet man eine neutrale Lösung von Kongorot an, so wird zuerst nur Zellstoff von Holz und Stroh gefärbt. Man hat hieran ein gutes Mittel, um Zellstoff neben Spinnfasern zur Wahrnehmung zu bringen. Noch auffallender ist diese Erscheinung, wenn man an Stelle von Kongorot das ebenso leicht zu behandelnde Brillantpurpurin R¹⁾ anwendet. Es wirkt in stark verdünnter Lösung und man kann damit bis zum Aufkochen erwärmen, auch zur Verstärkung der färbenden Wirkung Natriumsulfat zusetzen, ohne daß die Färbung auf andere Faserstoffe übergreift. Zuerst färben sich

¹⁾ Es sind die Farben und Benennungen der Elberfelder Farbenfabrik, vorm. Fr. Bayer, gemeint.

Gefäß- und Parenchymzellen mit schönem Rosarot, kurz danach Faserzellen von Stroh, ein wenig später Faserzellen von Holz, wiederum etwas später Fibrillen und Fasern von alten Lumpen. Es vergehen dann mehrere Minuten, bis sich ein schwaches Rot auf Esparto und auf unversehrten Spinnfasern zeigt. Zusatz von Natriumkarbonat kürzt den Vorgang ab und bewirkt schließlich Übergreifen der Rotfärbung auf Gruppe B.

Für die Schätzung des Dichroismus hat man auf den Unterschied zwischen Achsenfarbe und Basisfarbe zu achten, welcher sich hier nur durch ungleiche Stärke der Farbe geltend macht. An Baumwolle ist der Dichroismus so schwach, daß man mehrmals hin und her drehen muß, um einen Wechsel in der Stärke der Farbe festzustellen; an Holzzellen (deutlicher Dichroismus) ist die Basisfarbe noch ein entschiedenes Rosa, aber doch auf den ersten Blick erheblich blasser als die Achsenfarbe; Strohzellen (starker Dichroismus) sind in der Querstellung blaßrosa, die Achsenfarbe ist dunkelrot; der stärkste Dichroismus ist gebleichtem Flachs und cotonisierter Ramie eigen, dünne Fasern derselben werden in der Querstellung völlig farblos.

75. Kombinationsfärbungen und gemischte Farblösungen. Zur Bestätigung der Befunde und zur Aufklärung schwieriger Fragen dienen Kombinationsfärbungen und Versuche mit gemischten Farblösungen. Der Gang der Untersuchung und die Hilfsmittel sind im ganzen dieselben wie für Gewebefasern (47—50), jedoch mit Erweiterungen, welche durch das eigentümliche Verhalten der Holz- und Strohzellen zu gewissen Benzidinfarbstoffen bedingt sind. Neben der bereits (74) besprochenen Fähigkeit, diese Farbstoffe (Kongorot, Benzo-purpurin, Brillantpurpurin, Benzoazurin, Diazoblauswarz) besonders schnell anzuziehen, findet man bei Kombinationsfärbungen und Versuchen mit gemischten Farblösungen merkwürdige Verdrängungen des einen Farbstoffs durch den andern. Färbt man zuerst mit einer neutralen Lösung von Safranin alle Fasern bis auf Zellstoff und läßt nach dem Auswaschen mit kaltem Wasser eine Färbung mit einer schwach alkalischen Lösung von Chrysophenin folgen, dessen Wirkung sich über alle Gruppen erstreckt, so erscheint Zellstoff gelb, Baumwolle gelb mit Spuren von Rot, Flachs blaß, Hanf dunkelziegelrot, Rohjute mennigrot, Wolle karminrot. Läßt man nun noch eine schwach alkalische Lösung von Benzoazurin einwirken, so erhält man das in Fig. 26, Taf. II dargestellte Bild — Zellstoff blau, Baumwolle gelb, Flachs rötlich, die Fasern der Gruppen A und B entschieden rot.

Ähnliche Resultate erhält man durch Kombinationsfärbungen mit Benzobraun und Kongorot, mit Malachitgrün in neutraler, Chrysophenin und Benzopurpurin in schwach alkalischer Lösung (Fig. 24, Taf. II). Es liegt nahe, sich vorzustellen, daß Benzobraun und Chrysophenin zuerst aus dem Zellstoff ausgezogen werden, der sie am schnellsten aufgenommen hat, hierzu stimmt aber nicht, daß Mischungen von Benzobraun mit Kongorot und mit Benzoazurin Bilder derselben Art geben (Fig. 27, 28, Taf. II) und daß es bei dem erstbeschriebenen Versuch auf dasselbe hinauskommt, ob man Benzoazurin als zweites oder als drittes Färbemittel anwendet. Man wird hierdurch zu der Annahme einer besonderen Anziehung zwischen Zellstoff und den genannten roten und blauen Farbstoffen geführt, ebenso wie für die Festlegung basischer Farbstoffe auf Seide und für die feste Bindung von Nitrofarbstoffen durch Wolle. Diese Annahme gewinnt an Wahrscheinlichkeit durch Versuche mit Kongorot gegen andere Benzidinfarbstoffe, wobei sich herausstellt, daß Benzoazurin durch Kongorot aus Zellstoff verdrängt wird, selbst aber keinem der obengenannten Farbstoffe weicht. Benzobraun wird durch Benzoazurin schnell aus Zellstoff, sehr langsam aus Baumwolle verdrängt. Das schnell anfallende Tuchorange verdrängt Benzoazurin und auch Kongorubin aus Baumwolle, wird aber von diesen aus Zellstoff ausgetrieben. Neben dem theoretischen Interesse des Studiums dieser Vorgänge ist die Erforschung derselben von Bedeutung für sichere Unterscheidung der Faserstoffe. Durch Anwendung der gegenseitigen Verdrängung von Farbstoffen läßt sich eine neue Grundlage für Unterverteilung der Gruppen von Faserstoffen gewinnen, und damit für die hier angebahnte Methode der Vorzug, Unsicherheiten durch Anwendung verschiedenartiger Prüfungsmittel aus dem Wege zu räumen.

76. Bestimmung einzelner Faserstoffe mittels Kombinationsfärbungen. Zu den Kombinationsfärbungen, welche unter 48—50 für die Bestimmung von Gewebefasern gegeben sind, gesellen sich mehrere, bei welchen die soeben besprochenen Verdrängungen ins Spiel kommen.

a) Man färbt mit Malachitgrün (Gruppe A und B), läßt nach zweimaligem Auswaschen mit warmem Wasser eine Färbung mit Chrysophenin in schwach alkalischer mäßig warmer Lösung folgen, wodurch alle Fasern von Gruppe C gelb, die Fasern von Gruppe B gelbgrün gefärbt werden und vollendet das Präparat nach Absaugen

mit Filtrierpapier durch einen dritten Färbung mit Kongorubin oder Benzopurpurin 10 B in schwach alkalischer Lösung. Man erhält durch dies Verfahren ein Bild wie in Fig. 23, Taf. II. Hanf nimmt alle drei Farbstoffe auf und zeigt infolge davon als Achsenfarbe ein dunkles Braun oder Rotbraun, als Basisfarbe blasses grauliches Grün; Flachs geht bei einer Viertelsdrehung von dunklem Orange zu äußerst blassem Gelb zurück, Baumwolle wird bleibend rötlich gelb, Zellstoff dunkelrot, mit starkem Dichroismus auf den Faserzellen von Stroh.

b) Hat man nach 48 d mit Safranin und Chrysophenin gearbeitet, so kann Zellstoff durch Umfärbigen mit einer schwach alkalischen Lösung von Benzoazurin hervorgehoben werden. Man erwärmt gar nicht oder doch nur mit Vorsicht und unterbricht den Versuch, sobald die Farbe der Gefäß- und Parenchymzellen durch Blaugrün in Blau übergegangen ist. Auf diese Weise sind die starken Gegensätze erhalten, welche in Fig. 26, Taf. II dargestellt sind. Geht man mit der dritten Färbung zu weit, so werden die Farben von Baumwolle und Flachs unrein. Ein Nachteil dieser Kombination ist das Wegfallen des Dichroismus auf Flachs und Hanf.

c) Erste Färbung mit einer Mischung von Orange IV (Diphenylaminorange) und Benzobraun G zu gleichen Teilen in heißer schwach alkalischer Lösung. Unter diesen Umständen wirkt das Benzobraun auf die Gruppen B und C, das Diphenylaminorange hauptsächlich auf Gruppe A, schwächer auf B und C. Nach Absaugen folgt eine zweite Färbung bei gelinder Wärme mit einer schwach alkalischen Lösung von Kongorubin oder mit einer neutralen Lösung von Brillantpurpurin. Als Verstärker gebrauche man Natriumsulfat. Dies Verfahren liefert Bilder wie Fig. 27, Taf. II. Gruppe Aa gelb, Ab gelbbraun, Gruppe B dunkelrotbraun, Flachs und Baumwolle blaßbräunlichrot, Zellstoff lebhaft rosenrot.

d) Liegt viel daran, einen möglichst starken Farbenunterschied zwischen Zellstoff und pflanzlichen Gewebefasern hervorzubringen, so sind möglichst stark anfallende Farbstoffe zu wählen. Als erstes Färbungsmittel kann Kongorubin oder Brillantpurpurin R genommen werden, ersteres in schwach alkalischer, letzteres in neutraler Lösung, mit Natriumsulfat als Verstärkungsmittel. Man erreicht so ein starkes Rot auf Zellstoff, bei schwacher Färbung der Gewebefasern. Nach dem Absaugen wendet man eine warme schwach alkalische Lösung von Tuchorange an, welches rasch mit ockergelber

Farbe auf den Gewebefasern anfällt. Nach abermaligem Absaugen wird das Rot auf dem Zellstoff mit einer warmen neutralen Lösung von Brillantpurpurin und Natriumsulfat aufgefrischt.

e) Will man in saurer Lösung arbeiten, so kann man mit Croceinscharlach, Chrysophenin und Benzoazurin ähnliche Wirkung erzielen wie nach dem unter b beschriebenen Verfahren. Für die erste Färbung bedient man sich einer heißen orangefarbenen Mischung von Croceinscharlach 7 BN und Chrysophenin in Wasser mit einem Tröpfchen Schwefelsäure. Dabei erfolgt auf A a scharlachrote, auf A b mennigrote, auf B rötlichgelbe, auf C gelbe Färbung. Die Probe wird abgesaugt und mit einer heißen, mit Essigsäure stark angesäuerten Lösung von Benzoazurin ausgefärbt. Die Umfärbung erstreckt sich nur auf den Zellstoff, auf welchem das Gelb einem besonders reinen violettlichen Blau Platz macht.

77. *Abgekürztes Verfahren mit gemischten Farblösungen.* Wie unter 49 für Gewebefasern gelehrt ist, kann auch für Papierfasern ein abgekürztes Verfahren mit gemischten Farblösungen in Anwendung kommen, auch können hierfür dieselben Farblösungen dienen, welche für Gewebefasern angegeben sind.

a) Unter den im Handel vorkommenden Azofarbstoffen sind einige, die sich bei Versuchen mit Gemengen von Faserstoffen als nicht einheitlich erweisen. Hierher gehören Diazobraun G und Benzograu B. Das letztere gibt in heißer verdünnter Essigsäure auf Wolle blasses Kupferrot, auf Baumwolle blasses Gelbgrau, auf Zellstoff schönes Veilchenblau, jedoch ist dieser schwer lösliche Farbstoff zu schwierig zu behandeln. Diazobraun G kann in heißer, mit Natriumkarbonat alkalisch gemachter Lösung ähnliche Dienste tun, wie Chlorzink-Jodlösung. Es färbt Wolle gelb, Jute und Holzschliff braun, Baumwolle, Flachs und Hanf bräunlichgrau, die beiden letzteren mit ziemlich starkem Dichroismus zu blaß gelbbraun, Zellstoff graublau. Der Gegensatz der Färbungen kann durch einen kleinen Zusatz von Diazoblauswarz gesteigert werden; nach einem in dieser Weise hergestellten Präparat ist die Abbildung Fig. 80, Taf. III entworfen worden. Die Farben sind stumpfer, als mit anderen gemischten Farblösungen, aber doch deutlich genug unterschieden, um mit diesem einfachen Mittel arbeiten zu können.

b) Will man auf besondere Färbung der Wolle verzichten, welche in Papier nur durch Zufall und in kleiner Menge vorkommt, so lasse

man aus ~~w der Littepol 48, m. c~~ gegebenen Vorschrift das Diphenylamin-orange weg. Mit einer Mischung von 1 T. Diazobraun G und 2 T. Kongorubin erhält man in heißen, alkalisch gemachten Probetropfen auch auf Wolle eine gelbe Färbung, allerdings schwieriger und weniger auffallend als mit Zusatz von Orange IV. Leichter zu handhaben und besonders geeignet zum Nachweis von Zellstoff ist eine Mischung von Benzobraun B mit Brillantpurpurin R. Sie wird in neutraler Lösung angewendet, unter gelindem Erwärmen und mit kleinen Zusätzen von Natriumsulfat. Unter diesen Umständen wird Jute und Holzschliff braun, Zellstoff rosenrot gefärbt. Setzt man ein wenig Natriumkarbonat zu und erwärmt stärker, so werden Jute und Holzschliff rostfarbig, Hanf dunkelbraunrot, Flachs und Baumwolle blaßbräunlichrot, Zellstoff wird lebhaft rosenrot, in das Zinnoberrot übergehend. Farblösungen, welche Kongorot und diesem nahestehende Farbstoffe enthalten, zeichnen sich durch reinliche und schnelle Wirkung aus, sind indessen für Dauerpräparate weniger geeignet, als die folgenden.

c) Blaue Benzidinfarbstoffe wirkenträger als die Farbstoffe der Kongogruppe, dafür geben sie in Mischungen mit gelben und braunen Farbstoffen starke Gegensätze und liefern sehr dauerhafte Präparate. Man kann die Mischungen 49 b und 49 c anwenden, in schwach alkalisch gemachten Probetropfen, mit Natriumsulfat als Verstärker. Die Vorschrift 49 c kann durch Weglassung von Orange IV vereinfacht werden. Wegen leichter Handhabung und lebhafter Färbung verdient 49 b den Vorzug, obgleich der Dichroismus auf Flachs und Hanf etwas schwächer ist als bei Anwendung von 49 c.

Der Zusatz von Orange IV ist nicht wohl zu entbehren; mit Lösungen, die nur Benzobraun und Benzoazurin enthalten, ist es nicht möglich, den starken Farbengegensatz zwischen dem Gelbbraun auf Jute und Holzschliff und den blauen Farbenton auf Flachs, Baumwolle und Zellstoff zu erhalten, welcher Präparate auszeichnet, die nach der Vorschrift 49 b angefertigt sind (Fig. 28, Taf. II, 35, Taf. III). Man setze anfangs sehr wenig Natriumkarbonat zu und gehe auch mit Erwärmen behutsam zu Werke. Dabei erfolgt gelbe Färbung auf Jute und Holzschliff, allmählich auch blaue Färbung auf Zellstoff. Beide können durch gelindes Erwärmen und Zusatz von Natriumsulfat verstärkt werden. Soll die Färbung sich auf Flachs und Baumwolle erstrecken, so ist mehr Wärme und Natriumkarbonat

~~Anwendung von Farbstoffen~~ Die Färbung, welche man erhält, ist je nach dem Verhältnis der Farbstoffe und der beschleunigenden Mittel bräunlich oder violettlich. Die Bilder haben im letzteren Fall Ähnlichkeit mit denen, welche bei Anwendung von verdünnter Chlorzink-Jodlösung entstehen. Das Reagens verdient, seiner guten Eigenschaften halber, häufige Anwendung.

d) Gemischte saure Farbstoffe sind mit roten Benzidinfarbstoffen nicht herzustellen. Kongorot und seine nächsten Verwandten geben in sauren Flüssigkeiten Niederschläge von stumpfer blauer Farbe; Deltapurpurin und verwandte Farbstoffe sind geneigt, pulverige Absätze zu bilden. Besser ist man mit blauen Farbstoffen daran. Diazo-blauschwarz, Benzoschwarz S, Benzoazurin geben in saurer Lösung mit Croceinscharlach und Orange II Mischungen, welche schon bei gewöhnlicher Temperatur auf Jute und Holzschliff wirken und nach gelindem Erwärmen in ähnlicher Weise wie Chlorzink-Jodlösung Unterscheidung von Flachs und Baumwolle, Holz- und Strohzellen ermöglichen. Ein großer Übelstand dieser Lösungen ist ihre Neigung, bei erhöhter Temperatur pulverige Niederschläge zu bilden, welche kaum wieder in Lösung zu bringen sind. Im Laufe einiger Wochen entstehen diese Absätze auch bei gewöhnlicher Temperatur, und die Lösungen werden unbrauchbar.

78. *Besondere Methoden zur Auffindung einzelner Faserstoffe.* Für Methoden zur Aufsuchung kleiner Mengen von Spinnfasern kann auf § 50 verwiesen werden. Hier sollen nur einige Ergänzungen eine Stelle finden, welche sich auf Faserstoffe beziehen, die dem Papier eigentümlich sind.

a) Für Holzschliff hat man an der Färbung mit Malachitgrün (74) ein Verfahren, welches geeignet ist, sehr kleine Mengen desselben zur Wahrnehmung zu bringen. Das Gefüge des Holzes wird durch die Färbung kräftig hervorgehoben. Auch das gemischte Reagens 49 b (Orange IV, Benzobraun und Benzoazurin) ist recht brauchbar, wenn es gilt, kleine Mengen von Holzschliff zu suchen. Man setze der Probe wenig Natriumkarbonat zu und soviel von dem Reagens, daß eine lichtbräunliche Flüssigkeit entsteht, hiernach erwärme man rasch bis zum Dampfen. Holzschliff und Jute werden sich alsdann mit gelbbrauner Farbe stark von den übrigen, graulich und blau gefärbten Fasern abheben. Zu weiterer Bestätigung stehen die Holzstoffreagentien (38) zur Verfügung. Um auf chemischem Wege

Holzschliff von Jute zu unterscheiden, kann die Prüfung mit Chlor und Ammoniak (36) dienen, wobei Jute blutrot, Holzschliff gelb gefärbt wird. Man achte darauf, sogleich nach dem Übersättigen mit Ammoniak zu beobachten, da der Farbenunterschied in weniger als einer Minute verschwinden kann und nicht wieder herzustellen ist.

b) Für Gemenge von Jute, Hanf und Manilahanf wende man nach der Färbung mit Malachitgrün schwache Färbung mit Benzopurpurin 10 B und Umfärbung mit Naphthylamin oder m-Phenylendiamin an. Als Wächter lege man ein langes Stückchen Hanf- oder Flachsfasern in die Probe und färbe mit einer schwach alkalischen Lösung von Benzopurpurin gerade so weit, daß auf dieser Faser Dichroismus bemerklich wird. Alsdann sind Jute und Manilafaser¹⁾ unverändert grün geblieben, Hanf zeigt Mischfarben und Dichroismus, Flachs und Baumwolle sind blaßpurpurrot gefärbt. Läßt man jetzt das Holzstoffreagens einwirken, so wird die Farbe von Jute stark, die von Manilafaser kaum merklich beeinflußt. Um die Wirkung auf Jute gut wahrnehmen zu können, darf man das Grün der ersten Färbung nicht zu dunkel werden lassen; nötigenfalls kann man durch verdünntes Ammoniak einen Teil davon abziehen.

c) Für die Erkennung von Flachs neben Hanf ist die Kombinationsfärbung mit Malachitgrün und Benzopurpurin (48 c) brauchbar. Weit schwieriger ist es, Hanf neben viel Flachs aufzufinden, zumal wenn es sich um Fasern von alten Lumpen handelt. Mit Holzstoffreaktionen und mit Kombinationsfärbungen ist unter diesen Umständen nichts zu machen, und es bleibt kaum etwas übrig, als zu Querschnitten (65) zu greifen. Gelingt es nicht, dieselben von scharf gefaltetem Papier zu erhalten, so bestreiche man dasselbe mit einer dicken Lösung von Dextrin oder Leim, falte um einen nicht bestrichenen Streifen und lasse unter starkem Druck trocknen. Man schneidet dann durch die dreifache Dicke. Die Beobachtung, wofür 150—200 fache Vergrößerung anzuwenden ist, wird durch schwache Färbung mit Safranin oder Methylenblau erleichtert. Man fasse dabei die Form des Hohlraums ins Auge, auf Querschnitten von Flachs punktförmig, auf Querschnitten von Hanf gestreckt, spaltförmig, nicht selten gegabelt.

¹⁾ Einzelne losgetrennte Fasern nehmen Rot auf, an diesen ist der charakteristische weite Hohlraum der Manilafaser, welcher grün bleibt, vor trefflich wahrzunehmen.

d) Bisweilen wird die Aufgabe gestellt, Beimengungen von Baumwolle in Flachs- und Hanfpapier aufzusuchen. Hierfür wird am besten die Polarisation (28), und nächst dieser der Dichroismus (30) herangezogen. Man sucht bei 60—80 facher Vergrößerung zwischen gekreuzten Nikols Fasern von etwa 12μ Dicke, die hellgrau polarisieren, bringt diese in die Mitte des Gesichtsfeldes und setzt die Untersuchung mit stärkeren Vergrößerungen fort. Mit geringerer Mühe erreicht man das Ziel, wenn man das Aufsäcken der verdächtigen Fasern durch Färbung mit Methylenblau (40, 53; Fig. 20, Taf. I) vorbereitet. Gewöhnlich ist dreimaliger Wechsel des Waschwassers in Zwischenräumen von 2—3 Minuten ausreichend. Die Zwischenzeiten benutzt man, Klümpchen zu zerupfen, in welchen lose gebundener Farbstoff lange zurückgehalten wird. Man sucht nun mit 60—80 facher Vergrößerung in gewöhnlichem Licht farblose und sehr schwach gefärbte Fasern und unterzieht die best erhaltenen derselben der Untersuchung in polarisiertem Licht. Die Polarisationsfarbe der Baumwolle geht selten über Weiß erster Ordnung hinaus, meistens bewegt sich ihre Polarisationsfarbe zwischen Grau und Weißlichgrau. Sie steigt an den Stellen, wo die bandförmigen Fasern durch eine Schraubenwindung auf die hohe Kante gestellt sind. — Um den Dichroismus von Hanf und Flachs zu benutzen, färbe man mit Safranin in heißer neutraler Lösung, wasche einmal mit heißem, ein zweites Mal mit kaltem Wasser und untersuche mit dem Objekttischnikol bei 60 bis 80 facher Vergrößerung. Flachs und Hanf zeigen starken Dichroismus von violettblauem Rot zu Orangegelb, während die schwächer gefärbte Baumwolle ihre rötliche Farbe kaum ändert. Man kann durch Flachsfasern von alten Lumpen getäuscht werden, welche in Lösungen von Safranin starke Färbung mit schwachem Dichroismus annehmen. Die Prüfung auf Polarisationsfarbe gibt hier den Ausschlag. Baumwolle ändert ihr Rot kaum, während Flachs durch das Hinzukommen von Farben erster und zweiter Ordnung buntfarbig wird. Liegt die Möglichkeit vor, daß auch Zellstoff zugegen sein kann, so ist die Anwendung von Methylenblau geboten, um nach gründlichem Auswaschen, wobei Baumwolle und Zellstoff entfärbt werden, letzteren durch eine leichte Färbung mit Brillantpurpurin R in neutraler Lösung (74 c) gesondert hervorheben zu können.

e) Reiner Zellstoff neben Hadern. Die Frage, ob bessere Sorten von weißem Papier Zellstoff enthalten, kommt oft vor. Meistens

ist der Zellstoff recht gut erhalten, und in diesem Fall ist der Nachweis in kurzer Zeit zu liefern. Ob man mit Chlorzink-Jodlösung färben will oder mit Benzidinfarbstoffen, ist ziemlich gleichgültig. Mit den letzteren hat man die Art und die Stärke der Färbung in der Hand und kann die Präparate für Revision bewahren. Bei der Anwendung von Chlorzink-Jodlösung beachte man, daß sie soweit verdünnt sein muß, daß Baumwolle durchaus nicht violettlich, sondern bräunlichrot gefärbt wird, weil sonst in den stark blauviolett gefärbten Flocken von Zerfaserungsprodukten der Hadern Zellstoff versteckt bleiben könnte. Aus demselben Grunde kann Kongorot den Vorzug vor Benzoazurin verdienen und kann ein starker Zusatz von Benzobraun nötig werden, um Anhäufung von Rot in den faserigen Flocken zu verhindern. In der Regel wird man nach 74 c zum Ziel kommen, wenn man die Einwirkung der neutralen Lösung von Brillantpurpurin nicht länger dauern läßt, als zum Sichtbarmachen des Zellstoffs nötig ist. In schwierigen Fällen färbe man mit dem genannten Mittel oder mit Kongorubin alles rot, verdünne auf das Doppelte des anfänglichen Volumens, setze Benzobraun bis zu entschieden bräunlicher Färbung und etwas Natriumsulfat zu und erwärme. Hierbei wird das Rot von Flachs und Baumwolle verdrängt und auf dem Zellstoff angehäuft. — Getüpfelte Gefäßzellen (sehr schwach polarisierend) deuten auf Zellstoff von Laubholz, Faserzellen mit doppelt umrisstenen (behöfteten) Tüpfeln lassen auf Nadelholz schließen, jedoch ist zu bemerken, daß der doppelte Umriß der Tüpfel in vollständig gebleichtem Zellstoff oft verwischt ist, und daß manchmal unter zwanzig Fasern noch nicht eine die Tüpfel sehen läßt. Sackförmige, nicht getüpfelte und schwach polarisierende Parenchymzellen zeigen Strohzellstoff an, man hüte sich indessen vor Verwechslung mit Markstrahlzellen von Holz, die ihnen in Form und Polarisationsverhalten ähnlich, nur länger und mehr schlauchförmig sind. Charakteristisch sind die gezackten Zellen von Stroh (17, Fig. 11 z). Esparto-Zellstoff pflegt verholzte Faserzellen zu enthalten; man kann, um dieselben zu Gesicht zu bringen, Färbung mit Malachitgrün (74) anwenden. Neben diesen verholzten Faserzellen, die nicht immer gleich zahlreich auftreten, sind als charakteristisch die kleinen radesförmigen Härchen hervorzuheben (18, Fig. 12 b). Sie färben sich stark und wasserecht in einer Lösung von Malachitgrün. Ebenso verhalten sich die kleinen gezähnelten Epidermiszellen, welche Esparto mit Stroh

gemein hat. Zur Unterscheidung dieser Gebilde muß das Mikrometer zu Hilfe genommen werden.

f) Halbgebleichter Zellstoff wird meistens bei der Färbung mit Malachitgrün und Kongorot (74) durch Mischfarben und durch fleckiges Ansehen größerer Zellen angezeigt werden. Chlorzink-Jodlösung färbt halbgebleichten Zellstoff in ähnlicher Weise wie Baumwolle, doch kommt auf langen und breiten Fasern auch mit diesem Reagens oft das charakteristische gescheckte Ansehen zum Vorschein. Ähnliche Bilder, mit stärkerem Gegensatz der Farben, gibt eine Mischung von Orange IV, Benzobraun B und Benzoazurin (77 c).

79. Zerfaserungsprodukte.

a) Einige Papiere machen ernstliche Schwierigkeiten durch eine große Menge feiner Fasern und wolliger Flocken, welche sich nicht



Fig. 87. Hanffasern aus Banknotenpapier.
Vergr. 180 : 1.

durch Schütteln und mittels der Präpariernadeln nur mit Aufwand von viel Zeit und Mühe zerteilen lassen. Die Flocken werden öfters als „Extraktivstoffe“ bezeichnet, auch mit Füllstoffen in Zusammenhang gebracht, und mehrfach bin ich der Meinung begegnet, daß diese Flocken aus den Papierproben entfernt werden müßten. Extraktivstoffe können in Papiermasse nach dem Auskochen der Hadern und nach dem anhaltenden Auswaschen im Holländer nicht zugegen sein, und mit Füllstoffen stehen die Flocken auch nur in nebenschlichem und zufälligem Zusammenhang, insofern Teilchen von

Füllstoffen darin versteckt bleiben können. Übrigens sind sie gerade in solchen Papieren in reichlicher Menge zu finden (Dokumentenpapier, photographisches Papier, Papier von deutschen und französischen Kassenscheinen), welche sich bei niedrigem Gehalt an Füllstoffen durch Dichtheit und Festigkeit auszeichnen. In Wirklichkeit bestehen die Flocken hauptsächlich aus Quetschungs- und Zerreißungsprodukten der Fasern, und zwar sind es Flachs und Hanf, welche den größten Anteil zu den Härchen und Fäserchen der Flocken liefern. Drückt man Fasern von Flachs und Hanf mit einem Messerrücken, so werden

dieselben durch Längssisse in feine Streifen zerlegt, welche auseinanderweichen, wie die Haare eines gestauchten Pinsels. Baumwolle erweist sich, wie schon Herzberg hervorgehoben hat, bei diesem Versuch viel widerstandsfähiger, auch findet man sie, wie den spät zugesetzten Zellstoff, in Papierzeug durchgehends besser erhalten als Flachs und Hanf, und sieht mit Recht in den pinsel förmig zerfaserten Enden und in den Wirteln von dünnen, sperrigen Haaren, welche den Fasern anhaften, Kennzeichen von beschädigtem Flachs und Hanf. Ob die Fasern lang oder kurz gemahlen sind, ist für die Zerfaserung von untergeordneter Bedeutung. Die Abbildung Fig. 37 ist nach einem Präparat von langfaserigem Banknotenpapier, die nebenstehende, Fig. 38, nach einem Präparat von photographischem Papier (Rives) gezeichnet. Man sieht sogleich, daß in dem letzteren, sehr kurzfaserigen Papier die Zerfaserung nicht so weit fortgeschritten ist, als in dem langfaserigen Banknotenpapier. Es müssen also andere Umstände bei der mechanischen Bearbeitung (schmierige Mahlung) oder, was ebeno wahrscheinlich ist, physische und chemische Veränderungen mitwirken, welche die Zerreißbarkeit der Fasern steigern.¹⁾

b) Läßt man auf gequetschte Flachfasern Färbemittel (Chlorzink-Jodlösung, Benzoazurin) einwirken, so erscheinen die gequetschten, rissigen Stellen stärker gefärbt als die unversehrten Teile der Fasern. Macht man Färbeversuche mit Fasern, die von Leinen genommen sind, welches durch langen Gebrauch löcherig geworden ist, so treten weit stärkere Unterschiede in der Stärke der Färbung verschiedener Fasern und verschiedener Stellen desselben Faserstückes auf. Auch hier sind es rissige, zerfaserte Stellen, welche am stärksten gefärbt sind, doch kommen auch recht viele scheinbar unversehrte Stückchen vor, welche sich fast ebenso

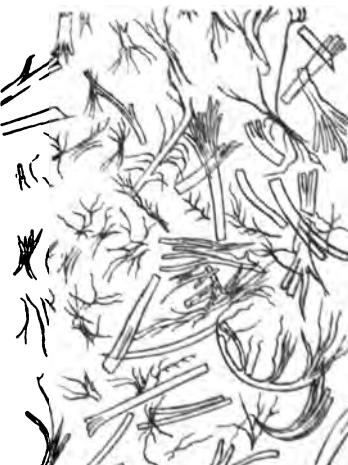


Fig. 38. Fasern aus photographischem Papier. Vergr. 180 : 1.

¹⁾ Man vergleiche übrigens für die verschiedenen Mahlungszustände die interessante Serie photographischer Aufnahmen in Herzberg. Papierprüfung, 3. Aufl., Tafel XVI und Selleger, Papierfabrikant, 1905, S. 2291 u. 2358.

schnell und stark gefärbt haben wie Holzzellen. Um recht anschauliche Präparate zu erhalten, nehme man die Faserstückchen durch oberflächliche Schnitte mit einer scharfen Schere aus der nächsten Umgebung schadhafter Stellen und färbe mit einer warmen Lösung von Benzopurpurin 10 B und sehr wenig Natriumkarbonat. Als Wächter und Vergleichsobjekte kann man einige Faserzellen von Holz zufügen. Bemerkenswert ist, daß bei dieser Veränderung der Flachs-faser, die teils mechanischer, teils chemischer Art zu sein scheint (oberflächliche Umwandlung zu sehr färbungsfähiger Oxyzellulose), die Fähigkeit, dichroitisch gemacht werden zu können, lange erhalten bleibt, und noch länger die starke Doppelbrechung, welche sich an den dünnsten Fibrillen von verschlissenem Leinen geltend macht.

c) Chlorzink-Jodlösung von gewöhnlicher Konzentration¹⁾) färbt die Flocken schmierig gemahlener Papiermasse recht dunkelblau-violett, so daß die Erkennung eingeschlossener Stückchen von Lumpenfasern und Zellstoff eher erschwert als erleichtert wird. Demselben Übelstande begegnet man bei Anwendung blauer Benzidinfarbstoffe und sieht sich genötigt, bei Anwendung derselben auf die Zerteilung der Klümpchen und Flocken die äußerste Sorgfalt zu verwenden. Dagegen ist es gelungen, Chlorzink-Jodlösung durch möglichst weit getriebene Verdünnung (71, Ende) diesem schwierigen Fall anzupassen. Wenn die Verdünnung so weit getrieben ist, daß Flachs durch das Reagens eine bräunliche, Baumwolle eine rotbraune Farbe erhält, so werden die Flocken bräunlichviolett gefärbt, und man ist nun instand gesetzt, darin die mehr braunen und rötlichbraunen Stückchen von Lumpenfasern und die entschieden blauvioletten und blauen Bruchstücke von Zellstoff zu unterscheiden.

d) Um mit Teerfarbstoffen dasselbe Ziel zu erreichen, wende man die Kombinationsfärbung 76 d an. Für besonders schwierige Proben ist dem Benzobraun oder Tuchorange soviel von dem roten Farbstoff zuzusetzen, daß eine rötlichbraune, bei Anwendung von Tuchorange eine orangerote Flüssigkeit entsteht. Man färbe bei Siedhitze und verstärke mit Natriumsulfat, bis die Flocken einen bräunlichen oder rostfarbigen Ton angenommen haben, und etwa vorhandener Zellstoff sich mit violettlichroter Farbe abhebt.

¹⁾ 90 T. Zinkchloridlösung von 2,0 spez. Gew., 10 T. Wasser, 6 T. Kaliumjodid, mit Übermaß von Jod.

e) Verfügt man über ein Polarisationsmikroskop, so wird die Arbeit sehr erleichtert, man braucht alsdann mit der Färbung nicht soweit zu gehen und kann von der Anwendung des braunen oder orangefarbigen Farbstoffes absehen. Man saugt ab und wäscht einmal aus, wenn die Flocken eine entschieden rötliche Färbung angenommen haben. Alsdann sind Hanf und Zellstoff dunkelrot, Flachs und Baumwolle blaßrot gefärbt. Bei der Untersuchung in polarisiertem Licht arbeitet man zunächst mit einem Nikol, um den Dichroismus aufzusuchen, welcher auf Hanf, Flachs und Strohzellen entstanden ist. Hanf und Flachs wechseln die Farbe von purpurrot bis fast farblos, Strohzellstoff von purpurrot bis lichtrosenrot, Holzfasern und Baumwolle zeigen schwachen, Gefäßparenchym- und Epidermiszellen sehr schwachen Dichroismus (30). An ungebleichtem Hanf kann der Dichroismus durch starke Färbung anhaftender Rindenzellen verdeckt werden; an Zerfaserungsprodukten von Flachs und Hanf ist er unter 150—200 facher Vergrößerung fast immer aufzufinden. Espartofaser zeigt ebensowenig Dichroismus wie Baumwolle und ist hierdurch leicht von Strohfaser zu unterscheiden. Manilahanf verhält sich wie Esparto. Jute wird ziemlich stark dichroitisch, sie kommt zwischen Holz- und Strohfaser zu stehen. — Den Beschuß macht die Prüfung zwischen gekreuzten Nikols, wobei die schwach gefärbte Baumwolle durch helle Farben der ersten Ordnung in auffallender Weise hervortritt. Im übrigen ist auf die Übersicht am Ende von § 28 zu verweisen. Die Zerfaserungsprodukte von Hanf und Flachs sind auch bei großer Feinheit noch recht stark polarisierend, während Baumwolle und Zellstoff in zerkleinertem Zustande zwischen gekreuzten Nikols unsichtbar werden. Man muß für diese Beobachtungen 200—300 fache Vergrößerung anwenden, dann rücken die starken Schlagschatten der Umrisse auseinander, und man bekommt nun erst eine richtige Vorstellung von der Polarisationswirkung der dünnen Fäserchen, die bei schwacher Vergrößerung fast schwarz erschienen.

www.libtool.com.cn

Vierter Abschnitt.¹⁾

Darstellung von Dauerpräparaten.

80. Differenzierte Färbung mit einem Farbstoff.

Bei der Darstellung von Dauerpräparaten gilt es, möglichst starke Gegensätze der Färbung hervorzubringen und dieselben mit unverminderter Stärke und gesicherter Haltbarkeit festzulegen.

Als erste, allgemein gültige Regel kann hingestellt werden, daß die Färbung für den vorliegenden Zweck niemals errungen werden darf. Siedetemperatur und reichliche Anwendung beschleunigender Chemikalien sind zu vermeiden. Beide führen zu gleichmäßiger Färbung sämtlicher Fasern, die nur durch langes Auswaschen zu beseitigen ist. Schließlich ist wohl dreimal soviel Zeit aufgewendet als man zu sparen dachte, und man hat ein Präparat von flauer Färbung, in welchem die verlangten kräftigen Gegensätze fehlen. Als Beispiel kann die Unterscheidung von Seide und Wolle mit Hilfe von Methylenblau dienen. Man färbt mit einer gesättigten Lösung, die mit Essigsäure angesäuert ist. Kocht man, so ist nach einer Minute alles stark gefärbt, die Wolle mit einem Stich ins Grünliche. Man muß dann lange auswaschen und ihre Färbung auf ein schwaches Grün herunterzubringen und kann nicht verhindern, daß hierbei auch die blaue Farbe der Seide merklich blasser wird. Erwärmt man zu Anfang bis 40° und läßt die Färbung bei gewöhnlicher Temperatur weitergehen, so nimmt der Färbeprozeß wohl fünf Minuten in Anspruch, dafür findet man aber auch die Wolle kaum gefärbt. Abspülen mit kaltem Wasser genügt, um die Mehrzahl der Wollfasern farblos, die übrigen schwach grünlich zu machen, während das Veilchenblau der Seide in unverminderter Stärke bestehen bleibt. Ebenso gestaltet sich der Vorgang, wenn man mit Safranin rot färbt. Wendet man statt Safranin Croceinscharlach und verdünnte Schwefelsäure an, so verläuft die Färbung von Anfang bei Zimmertemperatur.

81. Differenzierte Färbung mit mehreren Farbstoffen.

Sollen in einem Präparat zwei oder drei Farben zur Anwendung

¹⁾) Dieser Abschnitt stammt teilweise aus Behrens' „Mikrochemische Technik“, 1900.

kommen, so ist in der Regel mehr zu erreichen, wenn sie nacheinander, als wenn sie nebeneinander, in gemischter Lösung, angewendet werden. Eine Mischung von Benzoazurin, Benzobraun und Diphenylaminorange färbt tierische Faserstoffe gelb, Rohjute und Holz braun, sie bringt auch auf reinen Bastfasern und auf Holzzellen verschiedene Färbung hervor. Dennoch macht auch diese recht zuverlässige gemischte Farblösung nur scheinbar eine Ausnahme. Ersetzt man sie, nachdem sie ihre Wirkung getan hat, durch eine verdünnte Lösung von Benzoazurin, so erfolgt in kurzer Zeit erhebliche Schönung. Das Blau der Holzzellen wird reiner und lebhafter, während die violettlichen und braunen Farbtöne der Bastzellen sich nicht merklich ändern. Bei derartigen Arbeiten ist Auswaschen nicht angebracht. Man läßt die gebrauchte Farblösung ablaufen und hält währenddessen das Häufchen Fasern mit einer flach angelegten Nadel zurück, die man allmählich in eine zum Objekträger senkrechte Stellung bringt. Den Rest der Farblösung entfernt man durch einen Streifen Saugkarton, mit dem man die Fasern zusammenschiebt.

Weiter kann man als Regel annehmen, daß jede folgende Farbe gelindere Behandlung (niedrigere Temperatur und weniger Beschleunigungsmittel) verlangt. Es sei ein Gemenge von Wolle, ungebleichter Jute, Lumpenfasern und Holzzellen gegeben, und dieses soll in schwach alkalischen oder neutralen Lösungen in der Weise gefärbt werden, daß jede Art von Fasern einen besonderen Farbenton erhält. Man beginne mit Rhodamin, unter Zusatz von ein wenig Natriumkarbonat und erhitze mehrmals bis zum Dampfen. Wolle und Jute müssen hochrot gefärbt sein. Man saugt ab, setzt einen Tropfen Wasser zu und saugt abermals ab, wobei die Lumpenfasern und Holzzellen erheblich abblassen. Die zweite Färbung, mit einer Mischung von Chrysophenin und Benzobraun, geht bei einer Anfangstemperatur von 30° und sehr schwach alkalischen Reaktion vor sich, dementsprechend dauert sie mindestens doppelt so lange. Die Jute wird rotbraun, die übrigen pflanzlichen Fasern werden gelb gefärbt. Nach einmaligem Absaugen erfolgt die dritte Färbung, mit neutraler Lösung von Benzoazurin, bei Zimmertemperatur. Die gelbe Farbe der Holzzellen wird nunmehr durch Blau verdrängt. Geht hierbei die Farbe der Lösung zu sehr ins Grüne, so läßt man sie ablaufen und trägt frische Lösung auf. Erwärmung und Zusatz von Natriumkarbonat oder Natriumsulfat verstärken allerdings die blaue Färbung, haben aber

auch leicht Übergreifen auf die Lumpenfasern zur Folge, die alsdann grün ausfallen.

Schließlich hat man sich noch einzuprägen, daß bei Färbungsversuchen, welche die Herstellung von Kontrasten bezeichnen, der rechte Zeitpunkt für die Beendigung der verschiedenen Operationen durch mikroskopische Beobachtung festgestellt werden muß. Bei dem Auswaschen macht sich dies von selbst; bei dem Färben hat man von Zeit zu Zeit mit der Nadel eine kleine Probe zu nehmen, die in einen großen Tropfen Wasser gebracht und nach dem Ablaufen des Wassers unter dem Mikroskop beurteilt wird. Die hierauf verwendete Zeit wird reichlich vergütet durch die Schönheit der erzielten Präparate.

82. Auswaschen, Fixieren.

Das schließliche Auswaschen darf nicht zu lange fortgesetzt werden, da nur wenige Farbstoffe auf den Fasern in solchem Maße festgelegt werden, daß destilliertes Wasser nicht davon löst. Andererseits läuft man bei unzulänglichem Auswaschen Gefahr, um die Fasern unschöne farbige Säume entstehen zu sehen. Hat man mit sauren Farbstoffen oder mit Salzfarbstoffen gearbeitet, so kann man beiden Umständen durch rasches Arbeiten aus dem Wege gehen. Man wasche möglichst schnell aus, zunächst mit lauwarmem, dann mit kaltem Wasser, bis die ablaufenden Tropfen nur noch Spuren von Färbung zeigen, und gehe alsdann unverweilt zum Verteilen von Klümpchen und zum Absaugen über. Je vollständiger das Absaugen ausgeführt werden kann, desto mehr ist man gegen das Entstehen farbiger Säume gesichert.

Basische Farbstoffe können die Einschlußmittel verunreinigen. Von Methylenblau und Safranin hat man wenig zu fürchten; von Fuchsin und Malachitgrün nehmen Terpene aus satt gefärbten Präparaten gar nicht unerhebliche Mengen auf, bisweilen soviel, daß der Grund des mikroskopischen Bildes eine gleichförmige Färbung aufweist. Satt gefärbte Präparate dieser Art müssen gegen Ende des Auswaschens mit Tannin fixiert werden. Bleibt eine Spur ungebundenes Tannin zurück, so schadet dies in keiner Weise.

83. Einschließen.

a) Sollen gefärbte Präparate von Gewebefasern oder Papierfasern bewahrt oder zur Begutachtung anderen Sachverständigen zugesandt werden, so genügt es, so viel Natriumchlorid oder Natriumsulfat zuzusetzen, daß bei dem Trocknen eine weiße Kruste entsteht. Zum

Schütze gegen Staub und mechanische Beschädigung legt man nach dem Trocknen einen Objektträger auf und befestigt denselben durch umgeklebte Papierstreifen. Für abermalige mikroskopische Besichtigung wird die deckende Glasplatte abgenommen und ein Tropfen Wasser auf die Salzkruste gebracht. Es entsteht eine konzentrierte Salzlösung, welche nur Spuren von Teerfarbstoffen aufzunehmen vermag. Für Fuchsin, Malachitgrün, Croceinscharlach, Safranin und Methylenblau ist Natriumchlorid anzuraten, für Benzidinfarbstoffe reicht man mit dem leichter löslichen Natriumsulfat aus.

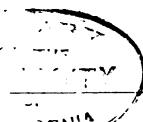
b) Verlangt man Dauerpräparate, welche jederzeit zur Besichtigung bereit sein sollen, so müssen die Fasern, in einer farblosen Masse verteilt, unter einem Deckglase eingeschlossen werden.¹⁾ Glyzerin-gelatine ist nur für einzelne gefärbte Präparate zu brauchen, da das Glyzerin viele Farbstoffe löst. Einschmelzen in Kanadabalsam kann vortreffliche Dauerpräparate liefern. Die Fasern dürfen nicht feucht sein, da sonst bei dem Erwärmen Blasen entstehen und auch Höfe um abgeblaßte Fasern, aus welchen Farbe ausgezogen wurde. Man verteilt die gefärbten Fasern in einem Tropfen Wasser, nach Maßgabe des aufzulegenden Deckglases und nimmt das Wasser, welches gewöhnlich ein wenig Farbe auszieht, mit spitzig zugeschnittenen Streifen Filtrerpapier möglichst vollständig weg. Entstehen hierbei Lücken zwischen den Fasern, so werden diese mit den Präpariernadeln ausgeglichen, bevor man die letzten Anteile von Feuchtigkeit wegnimmt. Man hat nun vollständiges Trocknen bei gewöhnlicher Temperatur abzuwarten. Inzwischen putzt man die Deckgläser durch Abreiben mit Filtrerpapier und Abstäuben mit einem reinen Pinsel. Um ein Präparat fertig zu machen, bringt man ein Klümpchen Kanadabalsam an die Spitze eines Eisendrahts von 1,5—2 mm Dicke, erwärmt denselben, läßt den Balsam abtropfen, so daß der Tropfen in die Mitte des Präparats fällt, setzt einen Tropfen Benzin darauf und erwärmt den Objektträger, bis der Balsam schmilzt und den Raum des verdampfenden Benzins zwischen den Fasern einnimmt. Das Deckglas befeuchtet man vor dem Auflegen mit Terpentinöl und streift dies bis auf ein dünnes Häutchen mit Papier ab. Nach gelindem Erwärmen treibt man den Überschuß von Balsam und kleine Luftblasen durch Drücken und

¹⁾ Man vergleiche für die Behandlung der Deckgläser, sowie für die Darstellung der Einschlußmittel: Behrens, Mikrochemische Technik. 1900. Verlag Leopold Voss.

~~Streichen~~ mit einer Pinzette aus. Der überschüssige Balsam wird mit einem erwärmteten Messer weggenommen, und am folgenden Tage kann das Präparat durch vorsichtiges Putzen mit Benzin und Aufkleben einer Aufschrift vollendet werden. Man kann auch das Deckglas über einer warmen Metallplatte mit Balsam bestreichen und auf die trockenen Fasern ein Tröpfchen einer Auflösung von Balsam in Terpentinöl bringen. Das Aufdrücken des Deckglases geht dann ohne Erwärmen vonstatten. Auf diese Weise kommt man sicher und mit wenigen Handgriffen zum Ziel, doch muß man die Präparate 2—3 Wochen erhärten lassen, bevor man an das Putzen geht.

84. Haltbarkeit der Präparate.

Mit Rücksicht auf Haltbarkeit sind für Anfertigung von Balsampräparaten die Farbstoffe der Kongogruppe (Kongorot, Brillantkongo, Brillantpurpurin, Kongorubin, Kongokorinth) ausgeschlossen. Kanadabalsam bringt nach einigen Tagen eine blaue Färbung hervor, später verblaßt diese, und oft ist nach einigen Wochen kaum eine Andeutung von Färbung übrig. Dammarharz schien haltbare Präparate zu geben, nach einem halben Jahre waren auch diese verblaßt. Metastyrol scheint auch nicht genügenden Schutz zu gewähren. So bleibt nichts übrig, als für Balsampräparate die Kombination von Kongorot mit Malachitgrün fahren zu lassen und an die Stelle des Kongorots das haltbare Benzoazurin, an die Stelle des Malachitgrüns Rhodamin oder Diphenylamingelb zu setzen. Benzopurpurin ist haltbarer als Kongorot, immerhin wird man gut tun, ihm einen schützenden Überzug von Metastyrol zu geben. Saure Farbstoffe werden nicht von Balsam angegriffen, ebensowenig basische, dagegen sind mehrere der letzteren recht wärmeempfindlich. Fasern, die mit Safranin gefärbt sind, ändern schon auf dem Wasserbade ihren Ton, Flachfasern verlieren zugleich den charakteristischen Dichroismus.



Erklärung der Tafeln.

Taf. I.

17. Fasern zwischen gekreuzten Nikols; w Wolle, s echte Seide, i indische Seide, b Baumwolle, f Flachs	60 : 1.
18. Dichroismus von Flachs, Holzzellen und Baumwolle mit Kongo-rot. pp = Hauptchnitt des Nikols	60 : 1.
19. Dichroismus mit Benzoazurin. Fasern und Richtung der Achsenfarbe wie in 18	60 : 1.
20. Flachs und Baumwolle mit Methylenblau. Auffallendes Licht .	60 : 1.
21. Flachs und Baumwolle. Kombinationsfärbung mit Safranin und Chrysophenin	60 : 1.
22. Flachs, Baumwolle, Holzzellen, mit Chlorzinkjod	60 : 1.
22a. Kombinationsfärbung m. Malachitgrün u. Benzopurpurin. h Hanf, f Flachs; pp Richtung der Achsenfarbe	60 : 1.

Taf. II.

23. Kombinationsfärbung mit Malachitgrün u. Benzopurpurin; w Wolle s Seide, j Jute, h Hanf, f Flachs, b Baumwolle, hz Holzzellen. pp Richtung der Achsenfarbe	60 : 1.
24. Kombinationsfärbung mit Malachitgrün, Chrysophenin und Benzopurpurin. Signatur wie in 23.	60 : 1.
25. Kombinationsfärbung mit Naphtolgelb S und Croceinscharlach; w Wolle, s Seide, aus schwarzer Halbseide	60 : 1.
26. Kombinationsfärbung mit Safranin. Chrysophenin u. Benzoazurin; w Wolle, b Baumwolle, f Flachs, h Hanf, j Jute, hs Holzschliff, st Strohzellen.	60 : 1.
27. Färbung mit Mischung von Orange IV, Benzobraun u. Kongo-rubin; hz Holzzellen, übrigens wie in 26	60 : 1.
28. Färbung mit Mischung von Orange IV, Benzobraun u. Benzoazurin. Signatur wie in 27	60 : 1.
29. Färbung mit saurer Mischung von Orange II, Croceinscharlach u. Benzoazurin. Signatur wie in 27	60 : 1.

www.libtool.com.cn

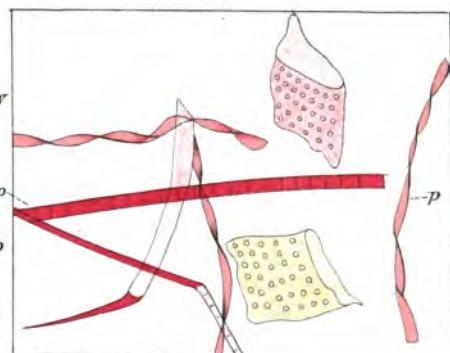
Taf. III.

30. Färbung mit Mischung von Diazobraun G und Diazoblauschwarz. Signatur wie in 27. pp Richtung der Achsenfarbe	60 : 1.
31. Filtrerpapier, Querschnitt, mit Methylenblau gefärbt	150 : 1.
32. Zeichenpapier, halbe Dicke des Querschnitts. Oberfläche bei oo. Mit Methylenblau gefärbt	200 : 1.
33. Holzschliff in Briefpapier, mit m-Phenyldiamin gefärbt. Flächenansicht in auffallendem Licht	20 : 1.
34. Fasern von Schreibpapier, mit Benzobraun und Benzoazurin gefärbt. Signatur wie in 27	130 : 1.
35. Fasern aus Druckpapier. Färbung und Signatur wie in 34 . .	130 : 1.
36. Fasern aus Zeitungspapier. Färbung und Signatur wie in 34 . .	130 : 1.

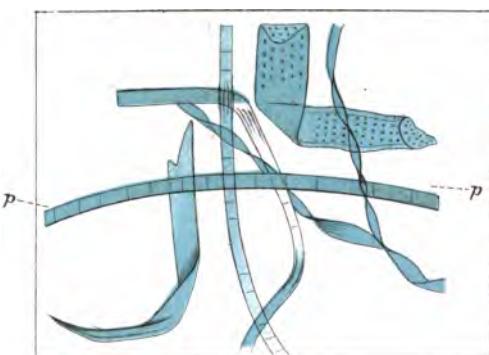
17.



18.



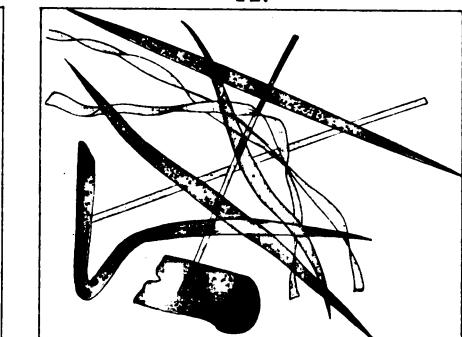
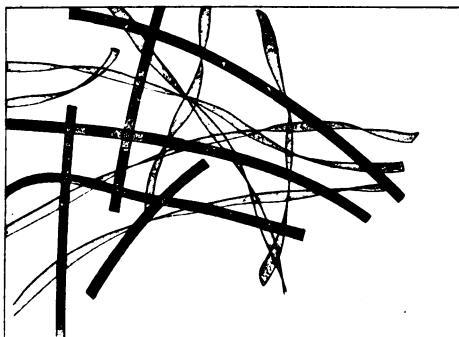
19.



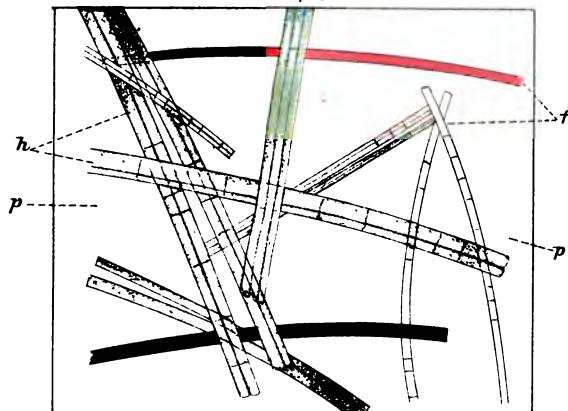
20.



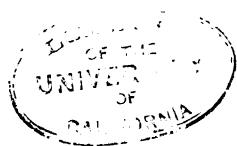
21.



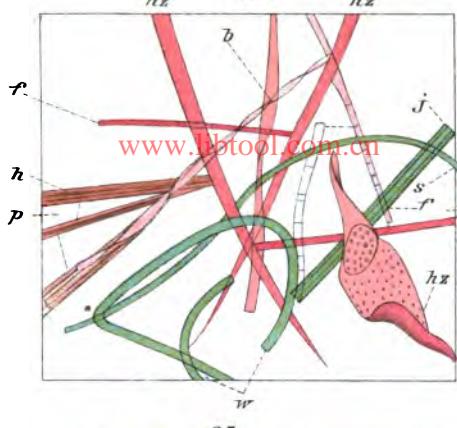
22.a.



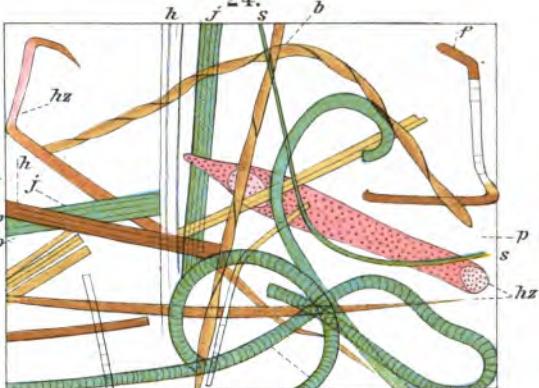
www.libtool.com.cn



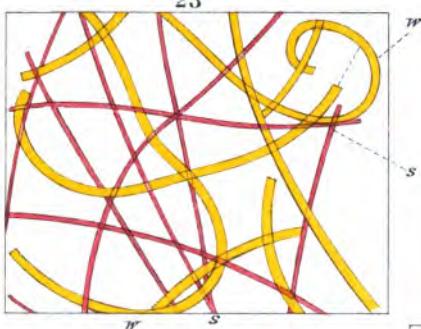
23.



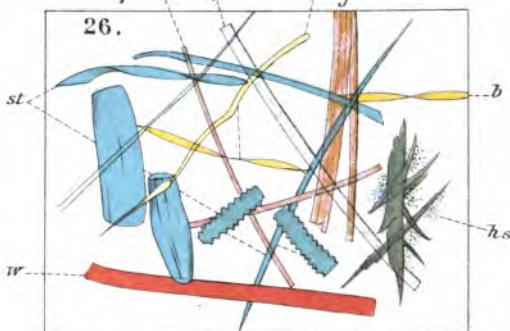
24.



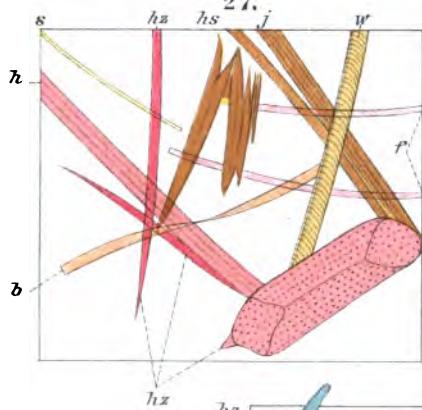
25



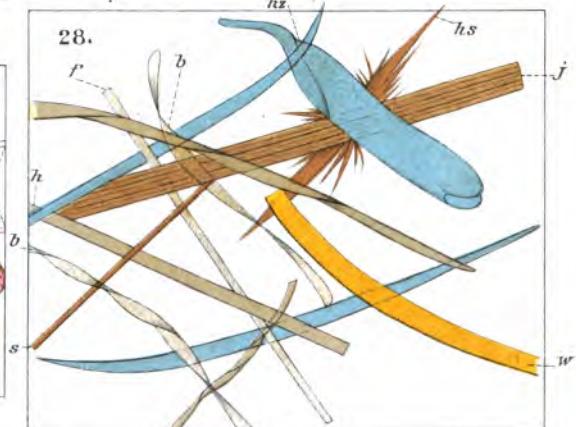
26.



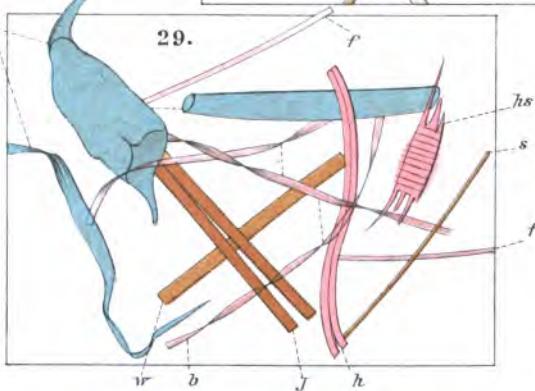
27.



28.

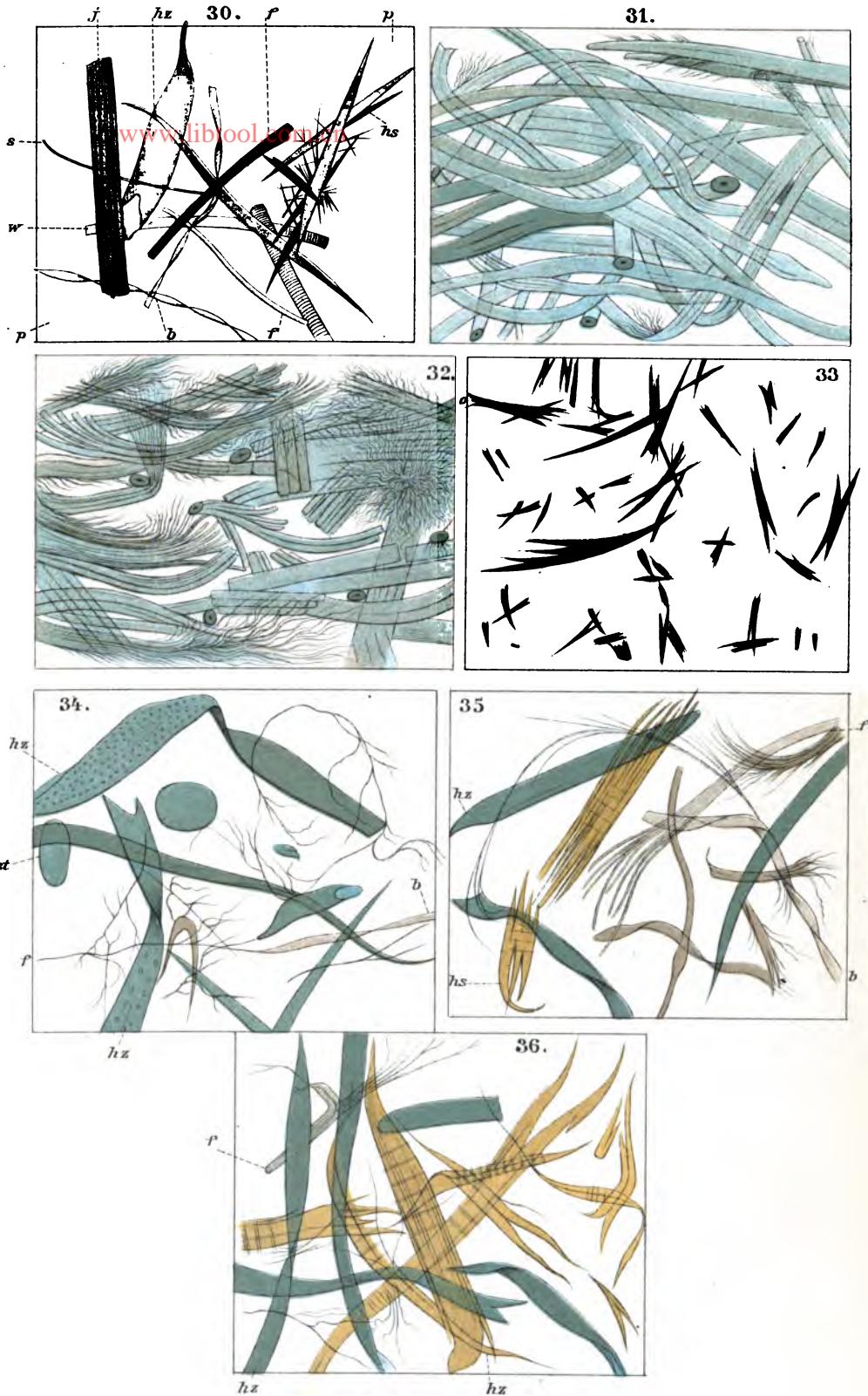


29.



www.libtool.com.cn





www.libtool.com.cn



www.libtool.com.cn

www.libtool.com.cn

UNIVERSITY OF CALIFORNIA LIBRARY

THIS BOOK IS DUE ON THE LAST DATE
STAMPED BELOW

DEEB 5 1915
DEC 4 1916

AUG 20 1970

AUG 21 1970

80m-6-'14

Anleitung zur
mikrochemischen analyse
der wichtigsten organi-
chen verbindungen.

1908
v.2

Feb. 5'15. Lec.

JAN 26 1911

DEC 4 1916 Behrns Nov 20 1916

www.libtool.com.cn

U.C. BERKELEY LIBRARIES



C026277152

QH 21

B35

1908

v.2

196350

UNIVERSITY LIBRARY

Behrns