

# **Universitäts- und Landesbibliothek Tirol**

## **Chemisch-technische Untersuchungsmethoden**

**Lunge, Georg**

**Berlin, 1900**

Papier

# Papier.

Von

**W. Herzberg,**

Vorsteher der Abtheilung für Papierprüfung an der Königlichen Versuchsanstalt  
zu Charlottenburg.

## 1. Bestimmung des Aschengehaltes.

Für genaue Bestimmungen werden 1—2 g Papier bei 100—105° C. bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, in einem Platintiegel eingeäschert und so lange geglüht, bis keine Gewichtsabnahme mehr stattfindet. Lässt die Farbe des Papiers auf Anwesenheit von Bleiverbindungen (Bleichromat) schliessen, so muss für die Veraschung ein Porzellantiegel verwendet werden.

Der für die Aschenmenge gefundene Werth entspricht selten ohne Weiteres dem wahren Gehalt des Papiers an mineralischen Füllstoffen, weil letztere durch das Glühen meist verändert werden. So z. B. verliert Kaolin 12—15% Krystallwasser, Baryumsulfat wird theilweise in Baryumsulfid umgewandelt u. s. w. Ist die Art des Füllstoffes bekannt, so lässt sich der wirkliche Füllstoffgehalt aus dem Aschengehalt berechnen. Handelt es sich um Baryumsulfat, so hat man nur einige Tropfen Schwefelsäure zur Asche hinzuzufügen und nochmals zu glühen.

In der Praxis, wo es meist nicht auf so genaue Bestimmungen ankommt, hat sich die Reimann'sche Substitutions-Aschenwaage (Fig. 72)<sup>1)</sup> eingebürgert, die bis auf 0,25% genaue Werthe giebt.

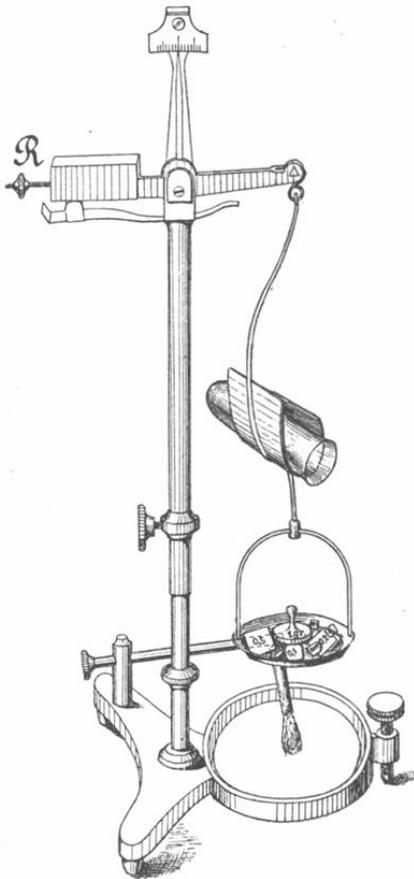
Der eine Arm des Waagebalkens trägt ein mit ihm fest verbundenes Gewicht, der andere zwei Waagschalen, von denen die obere zum Auflegen eines Glasröhrchens (Fig. 73 b), die untere für Gewichte bestimmt ist. Da die Waage ohne Glasrohr bei einer Belastung von etwa 21 g sich im Gleichgewicht befindet, so wähle man das Röhrchen

<sup>1)</sup> Die Reimann'sche Aschenwaage mit allem Zubehör, ferner alle im nachfolgenden noch erwähnten Apparate und Instrumente für Papierprüfungen, ferner Fasermischungen, Einbettmassen, Lösungen etc., sind von der mechanischen Werkstätte von L. Schopper in Leipzig, Arndtstrasse 27, zu beziehen.

so aus, dass es dem Gewicht von 19 g recht nahe kommt, ohne jedoch diese Grenze zu überschreiten. Auf die untere Waagschale bringt man an Gewichten 2 g und zwar ein Grammgewicht als solches und den

Rest in Deci- und Centigrammstücken.

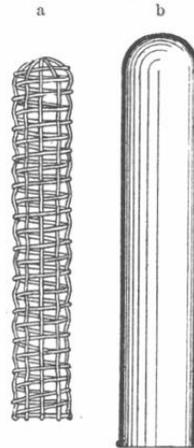
Fig. 72.



Eine etwaige Differenz gleicht man entweder mit der zu diesem Zweck angebrachten Regulierschraube R aus, oder, wenn diese nicht ausreicht, durch kleine auf die Waagschale gelegte Bleistücke und mittelst der am Stativ befindlichen Schraube.

Eine Pinselarretirung, wie sie die Figur zeigt, hat sich für das Auflegen und Abnehmen der Gewichte als sehr praktisch erwiesen.

Fig. 73.



Zur Veraschung rollt man 1 g Papier zusammen, steckt es in ein Platinnetz (Fig. 73 a) und glüht; die Asche schüttet man in das Gläschen und bestimmt ihr Gewicht in Centigrammen; diese geben direkt die Aschenprocente an.

## 2. Die mikroskopische Prüfung der im Papier enthaltenen Faserstoffe.

Die mikroskopische Prüfung dient zur Feststellung der Art, der Mengenverhältnisse und des Mahlunzzustandes der in einem Papier vorhandenen Fasern. Im Folgenden kann nur auf die wichtigsten Faser-

arten (Leinen, Hanf, Baumwolle, Holz-, Stroh- und Espartocellulose, sowie Jute und Holzschliff) kurz eingegangen werden.

**Vorbereitung des Papiers.** Je nach der Dicke werden 2–5 qcm des Papiers mit verdünnter (2–4%) Natron- oder Kalilauge in einem Reagirglas ein bis zwei Minuten gekocht und so heiss wie möglich einige Male kräftig durchgeschüttelt. Der so erhaltene Faserbrei wird auf ein engmaschiges Drahtsieb gebracht und durch Waschen mit Wasser von der Lauge befreit.

Das Präparieren der Fasern geschieht unter Verwendung einer wässrigeren Jod-Jodkaliumlösung oder einer Chlorzinkjodlösung.

Die Jod-Jodkaliumlösung besteht aus 6 Th. Jod, 10 Th. Kaliumjodid, 10 Th. Glycerin und 90 Th. Wasser.

Die Chlorzinkjodlösung wird hergestellt aus 100 Th. Zinkchlorid, 10,5 Th. Kaliumjodid, 0,5 Th. Jod und 75 Th. Wasser; nach dem Absetzen des entstehenden Niederschlags giesst man die darüber stehende klare Lösung ab.

Die Fasern färben sich dann wie folgt.

Fasern		Färbung in	
		Jod-Jodkaliumlösung	Chlorzinkjodlösung
<i>Gruppe I.</i> (Lumpenfasern)	Leinen, Hanf, Baumwolle	schwach- bis dunkelbraun; dünne Lamellen fast farblos	schwach- bis stark weinroth <sup>1)</sup>
<i>Gruppe II.</i> (Zellstoffe)	Holzcellulose	grau bis braun	blau bis rothviolett
	Strohcellulose und Jute	grau	blau bis blauviolett
	Esparto	theils grau, theils braun	theils blau, theils weinroth
<i>Gruppe III.</i> (Verholzte Fasern)	Holzschliff, rohe Jute, schlecht aufgeschlossene Zellstoffe	theils leuchtend gelbbraun, theils gelb, je nach Schichtdicke und Verholungsgrad	citronengelb bis dunkelgelb
	Strohstoffe	theils gelbbraun, theils gelb, theils grau	theils gelb, theils blau, theils blauviolett

<sup>1)</sup> Erscheinen die Lumpenfasern bläulich, so ist die Lösung zu konzentriert und muss vorsichtig mit Wasser verdünnt werden, bis sich die Lumpen roth färben. Werden die Cellulosefasern nicht blau, sondern röthlich gefärbt, so ist die Lösung zu schwach; sie kann aber dann meist durch geringen Zusatz von Zinkchlorid brauchbar gemacht werden; gelingt dies nicht, so ist sie neu anzufertigen.

Für die Bestimmung der verschiedenen Faserarten ist es notwendig, ausser auf die Farbe auch auf den Bau und die Grössenverhältnisse der einzelnen Fasern zu achten. Die charakteristischen anatomischen Merkmale sind im Folgenden kurz angegeben.

**Holzschliff**, welcher durch eine rein mechanische Zerkleinerung des Holzes (meist Nadelholz) gewonnen wird, besteht aus unregelmässigen Bruchstücken von Fasern oder Faserbündeln, an welchen die für das betreffende Holz charakteristischen Poren, Markstrahlzellen etc. sehr

Fig. 74.



zahlreich wahrzunehmen sind (Fig. 74). Isolierte, gut erhaltene Fasern, sowie Fasern mit natürlichen Enden sind im Holzschliff sehr selten.

**Jute** (von verschiedenen *Corchorus*-Arten stammend) besteht aus isolierten oder zu Bündeln vereinigten Bastfasern. Von den anderen Faserarten unterscheidet sich die Jute dadurch, dass der Hohlkanal bei gleichbleibender Dicke der Faser in seinem Durchmesser sehr wechselt, so dass er bald sehr weit, bald nur als eine dunkle Linie erscheint (Fig. 75).

Fig. 75.



Fig. 76.



**Holzcellulose** stammt wie der Holzschliff meistens von Nadelhölzern und unterscheidet sich von den übrigen isolierten Fasern durch die grosse Breite der einzelnen Zellen. Der Hohlkanal ist meist sehr weit, die Enden der Fasern sind abgerundet oder stumpf zugespitzt. Für Cellulose von Nadelhölzern sind die behöfteten Poren charakteristisch (Fig. 76), für Laubholzcellulose die Gefässe.

**Strohcellulose.** Die Bastzellen (Fig. 77 b), welche die Hauptmenge der Strohcellulose ausmachen, sind meist ziemlich schmal und walzenförmig und zeigen nadelähnlich zugespitzte Enden. Charakteristisch ist das Vorkommen von wellenförmig geränderten Oberhautzellen sowie von dünnwandigen, kurzen, an den Enden abgerundeten Parenchymzellen (Fig. 77 a und c).

**Espartocellulose** wird gewonnen aus dem in Afrika und Spanien in grossen Mengen vorkommenden *Stipa tenacissima*. Die Oberhaut- und

Bastzellen sind denen des Strohes sehr ähnlich, aber von geringeren Abmessungen (Fig. 78 a und b). Von der Strohcellulose unterscheidet sich Esparto durch kleine zahnförmige Zellen (Fig. 78 c) sowie durch das Fehlen der grossen Parenchymzellen. Ein weiteres Unterscheidungsmerkmal bildet die abweichende Färbung eines Theiles der Bastfasern.

Fig. 77.

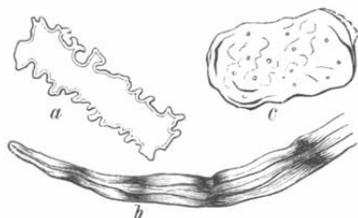
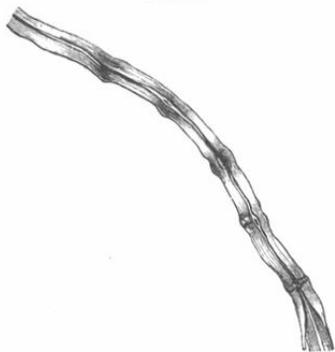


Fig. 78.



**Leinen.** Die Bastzellen des Leinens sind schmal und walzenförmig und dicht mit knotenartigen Anschwellungen versehen (Fig. 79). Das Lumen ist sehr eng und erscheint meist nur als dunkle Linie. Da die Leinenfaser ursprünglich verhältnissmässig lang ist, so kommt sie im Papier nur in Bruchstücken vor, deren Enden oft in einer sehr charakteristischen Weise zerfetzt sind. Die natürlichen Enden, welche sehr spitz sind, kommen sehr selten im Papier vor. Die Leinenfaser zeigt oft deutliche Längsstreifung.

Fig. 79.



Die natürlichen Enden, welche sehr spitz sind, kommen sehr selten im Papier vor. Die Leinenfaser zeigt oft deutliche Längsstreifung.

**Hanf.** Die Hanffaser ist der Leinenfaser sehr ähnlich und lässt sich im Papier von der letzteren nicht mit Sicherheit unterscheiden.

Fig. 80.



**Baumwolle.** Die Samenhaare der Baumwolle sind leicht an der schlauchartigen zusammengeklappten Form der Zelle zu erkennen. Der Hohlkanal ist meistens sehr weit und die Zellwand häufig gitterförmig gestreift (Fig. 80). Zuweilen ist die Faser spiralförmig gewunden, eine Erscheinung, die bei der rohen Baumwolle stets und sehr deutlich zu beobachten ist. Die natürlichen Faserenden sind abgerundet, kommen jedoch im Papier selten vor. Die in dem Papier vorhandenen Bruchstücke haben oft quer abgerissene Enden.

Die Schätzung der Mengenverhältnisse der verschiedenen in einem

Papier vorhandenen Faserarten geschieht am besten durch direkten Vergleich mit Präparaten, welche von bekannten, in Breiform aufbewahrten Fasermischungen frisch hergestellt werden.

Bei der Prüfung stellt man zunächst bei 50—70-facher Vergrößerung, und am besten unter Verwendung von Chlorzinkjodlösung als Präparationsflüssigkeit, das Verhältniss der Farbengruppen zu einander und dann bei 150—200-facher Vergrößerung das Verhältniss der einzelnen zu derselben Gruppe gehörigen Faserarten unter sich fest.

Für die Beurtheilung des Mahlunzustandes bedient man sich einer etwa 25-fachen Vergrößerung. Da die Bedeutung der in der Praxis für den Mahlunzustand gebräuchlichen Ausdrücke „lang“, „kurz“, „rösch“ und „schmierig“ nach der Art der in Frage kommenden Papiere wechselt und es fast unmöglich ist, eine zutreffende Beschreibung des Mahlunzustandes zu geben, so muss man sich im Allgemeinen auf vergleichende Prüfung zweier oder mehrerer Papierstoffe beschränken.

### 3. Makroskopische Bestimmung des Holzschliffes.

Will man ein Papier nur auf Holzschliff oder andere verholzte Fasern ohne Mikroskop untersuchen, so kann man sich hierzu verschiedener Reagentien bedienen. Eine mit Salzsäure versetzte Lösung von Phloroglucin in Alkohol färbt holzschliffhaltiges Papier roth; eine wässrige Lösung von Anilinsulfat färbt goldgelb.

Da die Färbung je nach der Menge des vorhandenen Holzschliffes mehr oder weniger intensiv wird, so kann man mit Hilfe einer Farbenskala oder besser mit Papieren von bekanntem Holzschliffgehalt den Holzschliff annähernd quantitativ bestimmen. Bei der Verwendung von Phloroglucin ist zu berücksichtigen, dass einige in der Papierfabrikation zum Nuanciren benutzte Farben (z. B. Metanilgelb) schon durch die in der Phloroglucinlösung vorhandene Säure eine Rothfärbung des Papiers veranlassen.

### 4. Bestimmung der Leimfestigkeit.

Die Bestimmung der Leimfestigkeit geschieht am besten, indem man auf dem zu prüfenden Papierblatt mittelst einer mit guter Eisengallustinte (z. B. Alizarintinte von Leonhardi) gefüllten Ziehfeder Linien von 0,5, 0,75, 1,0 und 1,25 mm Breite zieht und dieselben ohne abzulöschen eintrocknen lässt. Bei einem leimfesten Papier müssen die Ränder der Linien scharf sein und auf der Rückseite des Blattes darf die Tinte der Linien mit 0,75 mm und geringeren Breiten auch nach etwa 24 Stunden nicht durchschlagen.

Will man von der Tinte unabhängig sein, so prüft man nach der folgenden von Leonhardi vorgeschlagenen Methode:

Man bringt einige ca. 3 cg schwere Tropfen einer Eisenchloridlösung, die 1,53% Fe enthält, auf das zu untersuchende Papier, lässt sie so viele Sekunden darauf wirken, als das Papier g pro qm schwer ist und saugt den nicht eingedrungenen Rest schnell mit Fliesspapier auf. Nach dem Trocknen bestreicht man die Rückseite mit wässriger Tanninlösung. Entsteht sofort eine schwarze Färbung, so ist das Papier nicht leimfest; bei leimfesten Papieren entsteht keine Färbung.

**Harzleim.** Man kocht einige Gramm Papier mit absolutem Alkohol und einigen Tropfen Essigsäure und giesst die Lösung in destillirtes Wasser. Eine Trübung zeigt die Gegenwart von Harz an. Um bei einigen Specialpapieren eine Verwechslung von Fett oder Wachs mit Harz zu vermeiden, ist es zweckmässig, den alkoholischen Auszug zu verdampfen und den Rückstand auf Consistenz etc. näher zu prüfen.

Lässt man auf ein mit Harz geleimtes Papier einige Tropfen Aether fallen, so zeigt sich an den betreffenden Stellen nach dem Verdunsten des Aethers ein durchscheinender Rand.

Bei quantitativen Bestimmungen, welche entweder durch wiederholtes Auskochen mit Natronlauge oder durch Extrahiren mit Alkohol oder Aether ausgeführt werden können, müssen der Aschengehalt des Rückstandes, sowie etwaige auch in ungeleimten Papieren vorhandene Extraktivstoffe bestimmt und berücksichtigt werden.

**Thierleim.** 5—10 g Papier werden mit möglichst wenig destillirtem Wasser ausgekocht, die Lösung wird filtrirt, auf ein kleines Volumen eingengt und mit Tanninlösung versetzt. Bei Anwesenheit von thierischem Leim entsteht ein grauweisser, flockiger Niederschlag. Da unter gewissen Bedingungen auch Stärke mit Tannin einen ähnlichen Niederschlag giebt, so prüft man den erhaltenen Niederschlag durch Zusatz von verdünnter Jodlösung unter dem Mikroskop. Der Leimniederschlag färbt sich durch Jod intensiv braungelb, der Stärkeniederschlag dunkelblau.

Die quantitative Bestimmung geschieht am besten durch Ermittlung des Stickstoffgehaltes.

**Stärke.** Der Nachweis der Stärke geschieht durch Einlegen des Papiers in eine verdünnte Jodlösung. Bei Anwesenheit von Stärke färbt sich das Papier je nach deren Menge hellblau bis dunkelblau. Für die genaue Bestimmung der Menge wird die Stärke durch Behandlung mit Diastase oder verdünnter Säure in Zucker verwandelt und dieser in bekannter Weise bestimmt (vgl. S. 392).

Für ein genaueres Studium der Papierprüfungsmethoden, insbesondere auch der mechanischen, wird verwiesen auf nachstehende

**Litteratur.****A. Selbständige Werke.**

- Behrens, Anleitung zur mikrochemischen Analyse der wichtigsten organischen Verbindungen. Heft II. Die wichtigsten Faserstoffe. Hamburg u. Leipzig 1896.
- Herzberg, W., Papierprüfung. Berlin 1888. 5 M.
- Höhnel, Die Mikroskopie der technisch verwendeten Faserstoffe. Wien 1887.
- Hoyer, E., Das Papier, seine Beschaffenheit und seine Prüfung. München 1882. 4 M.
- Ueber die Entstehung und Bedeutung der Papiernormalien, sowie deren Einfluss auf die Fabrikation des Papiers. München 1888. 2 M.
- Müller, A., Qualitative und quantitative Bestimmung des Holzschliffs im Papier 1887. 3 M.
- Normalpapier. Sammlung der Vorschriften für amtliche Papier- und Tintenprüfung. Berlin 1892. 3 M. (Verlag der Papier-Zeitung in Berlin.)
- Rejtö, A., Anleitung für Private zur Durchführung der Papierprüfung. Budapest 1893. 2 M.
- Rossel, Papiere und Papierprüfung mit Berücksichtigung der in der Schweiz verwendeten Schreib- und Druckpapiere. Biel 1895.
- Wiesner, J., Mikroskopische Untersuchung des Papiers mit besonderer Berücksichtigung der ältesten orientalischen und europäischen Papiere. Wien 1887. 6 M.
- Winkler, O., Der Papierkenner. Leipzig 1886. 10 M.

**B. Fachschriften, in welchen Arbeiten über Papierprüfung vorzugsweise veröffentlicht werden.**

- Mittheilungen aus den königl. technischen Versuchsanstalten zu Berlin.
- Mittheilungen des k. k. technologischen Gewerbe-Museums Wien. Papier-Zeitung. Berlin.
- Wochenblatt für Papierfabrikation. Biberach-Württemberg.

**Papierprüfungsanstalten.**

- Charlottenburg. Königl. mechanisch-technische Versuchsanstalt. Direktor: Professor A. Martens. Abtheilung für Papierprüfung. Vorsteher: W. Herzberg.
- Karlsruhe. Grossherzoglich-bad. chem.-techn. Prüfungs- und Versuchsanstalt. Leiter der Arbeiten über Papierprüfung: Professor Haas.
- Leipzig. Papierprüfungs-Anstalt von Otto Winkler, Uferstr. 8, I.
- Nürnberg. Papierprüfungs-Anstalt des Bayerischen Gewerbe-Museums in Nürnberg. Vorstand: Dr. Stockmeier.
- Wien. Papierprüfungs-Anstalt des k. k. technologischen Gewerbe-Museums. Vorstand: Professor G. Lauboeck.