

# Handbuch der Werkstoffprüfung

Herausgegeben  
unter besonderer Mitwirkung  
der Staatlichen Materialprüfungsanstalten Deutschlands  
der zuständigen Forschungsanstalten der Hochschulen  
der Kaiser-Wilhelm-Gesellschaft und der Industrie  
sowie der Eidgenössischen Materialprüfungs-  
anstalt Zürich

Von

Erich Siebel

Vierter Band:  
Papier- und Zellstoff-Prüfung



Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH

# Papier- und Zellstoff-Prüfung

Bearbeitet und herausgegeben

von

**Prof. Dr.-Ing. Rudolph Korn** und **Dr.-Ing. Friedrich Burgstaller**

Abteilungsleiter am Staatl. Materialprüfungsamt  
Berlin-Dahlem

Staatl. Materialprüfungsamt  
Berlin-Dahlem

Mit 297 Textabbildungen, sowie 38 Tafeln,  
davon 6 mehrfarbig



Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH

ISBN 978-3-662-01763-0      ISBN 978-3-662-02058-6 (eBook)  
DOI 10.1007/978-3-662-02058-6

**Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung  
in fremde Sprachen, vorbehalten.**

**Copyright 1944 by Springer-Verlag Berlin Heidelberg**

**Ursprünglich erschienen bei Springer-Verlag OHG. in Berlin 1944**

## Vorwort.

Im Jahre 1888 erschien im Verlag von Julius Springer, Berlin, als schmales Bändchen die erste Auflage von „W. HERZBERG: Papierprüfung — Ein Leitfaden bei der Untersuchung von Papier“. Fußend auf den Entwicklungsarbeiten von E. HARTIG und E. HOYER und auf den in der Abteilung für Papierprüfung der Königlichen mechanisch-technischen Versuchsanstalt in Charlottenburg gewonnenen Erfahrungen wollte der Verfasser durch diese Zusammenstellung von Untersuchungsmethoden das Verständnis für die Notwendigkeit einer prüftechnischen Kontrolle des Papiers wecken und die bei der amtlichen Prüfung angewendeten Verfahren weiteren Kreisen zugänglich machen. Dies ist W. HERZBERG auch in vollem Umfang gelungen. Unter ständiger Berücksichtigung der fortschreitenden Entwicklung von Prüfmethoden, an der er als langjähriger Leiter der Papierabteilung des Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem wesentlichen Anteil hatte, erschienen aus seiner Hand in den darauffolgenden Jahrzehnten weitere fünf Auflagen. Das Buch war in dieser Zeit zu einem verlässlichen Ratgeber für jeden geworden, der sich mit der Prüfung von Papier zu befassen hat. Nachdem Herr Geheimer Regierungsrat Prof. HERZBERG in den Ruhestand getreten war, wurde die letzte Auflage von R. KORN und B. SCHULZE bearbeitet. Sie erschien im Jahre 1932 und ist seit geraumer Zeit vergriffen. Auf Anregung von Herrn Prof. Dr.-Ing. E. SIEBEL, dem Herausgeber des „Handbuches der Werkstoffprüfung“ sowie auf Wunsch des Verlags wurde das Buch nicht mehr neu aufgelegt, sondern als IV. Band in das genannte als Werk eingereiht, wobei sich allerdings eine fast vollständige Neubearbeitung erforderlich erwies. Insbesondere war eine Anzahl technologischer, physikalisch-chemischer und chemischer Verfahren der Zellstoff- und Holzschliffprüfung aufzunehmen, worauf schon der geänderte Buchtitel hinweist. Da hierbei eine gewisse Beschränkung notwendig war, wurden vor allem die deutschen Einheitsmethoden berücksichtigt. Soweit es die chemischen Verfahren betrifft, konnte dies mit um so größerer Berechtigung geschehen, als in dem 1943 im gleichen Verlag erschienenen Buche von R. SIEBER „Die chemisch-technischen Untersuchungsmethoden der Zellstoff- und Papierindustrie“ eine umfassende Methodensammlung zur Verfügung steht. Ferner wurde in stärkerem Maße auf die theoretischen Grundlagen der einzelnen Prüfverfahren eingegangen. Die allgemeinen Gesetzmäßigkeiten, von denen die mechanisch-technischen und physikalischen Prüfverfahren beherrscht sind, wurden in einem zusammenfassenden und in sich geschlossenen Abschnitt dargestellt. Demgegenüber konnten einige andere Abschnitte, vor allem die über Morphologie und Unterscheidungsmerkmale der Faserarten sowie der über Flecke im Papier nach entsprechender Ergänzung ohne wesentliche Umarbeitung übernommen werden. Von den insgesamt 297 Textabbildungen stammt etwa ein Drittel aus der letzten Auflage des HERZBERGSchen Buches, ebenso die Mehrzahl der mikrophotographischen Tafeln im Anhang.



Auf eine straffe Gliederung und übersichtliche Anordnung durch Anwendung verschiedener Schriftarten und -größen wurde besonderer Wert gelegt. Eine weitgehende Zitierung des Schrifttums soll das Auffinden von Originalarbeiten erleichtern.

Der Abschnitt über die optisch-photometrischen Prüfverfahren wurde in dankeswerter Weise von Herrn Dozent Dr.-Ing. M. RICHTER, Berlin-Dahlem, bearbeitet, der hierzu besonders berufen schien.

Beim Lesen der Korrekturbogen wurden die Unterzeichneten von Frau Ing. RUTH SCHMIDT-SONDERHOFF und den Herren Ing. K. PIETRZYK und Dr.-Ing. O. RENNER unterstützt, wofür ihnen auch an dieser Stelle gedankt sein möge.

Berlin-Dahlem, im Januar 1944.

**R. KORN.**      **F. BURGSTALLER.**

# Inhaltsverzeichnis.

## Erster Teil: Papierprüfung.

### Zusammensetzung des Papiers.

	Seite
<b>A. Faserstoffe . . . . .</b>	<b>1</b>
I. Morphologie der Pflanzenfasern . . . . .	1
II. Unterscheidungsmerkmale der verschiedenen Faserarten . . . . .	5
1. Pflanzenfasern . . . . .	5
Gruppe I: Verholzte Fasern . . . . .	5
Holzschliff 5; Jute 7.	
Gruppe II: Zellstoffe . . . . .	8
1. Nadelholzzellstoffe . . . . .	8
2. Laubholzzellstoffe . . . . .	9
Birkenholzzellstoff S. 9; Pappelholzzellstoff S. 10; Buchenholzzellstoff S. 10; Kastanienzellstoff S. 10; Eukalyptuszellstoff S. 11; andere Laubholzzellstoffe S. 12.	
3. Zellstoff aus Ligniten . . . . .	12
4. Zellstoff aus Gramineen . . . . .	12
Strohzellstoff S. 12; Alfa-(Esparto-)Zellstoff S. 13; Reisstrohzellstoff S. 14; Maisstrohzellstoff S. 15; Pfahlrohr (Arundo donax)-Zellstoff S. 15; Bambuszellstoff S. 15; Zuckerrohrzellstoff S. 16; Papyruszellstoff S. 16.	
5. Kartoffelkrautzellstoff . . . . .	16
6. Zellstoff aus Jute, Manila, Adansonia . . . . .	17
Jutezellstoff S. 17; Manilazellstoff S. 17; Adansoniazellstoff S. 18.	
7. Japanische Papierfasern: Gampi, Midsumata, Kodzu . . . . .	20
8. Torfzellstoff . . . . .	20
Gruppe III: Lumpenfasern (Hadern) . . . . .	21
Baumwolle S. 21; Linters S. 22; Leinen S. 22; Hanf S. 23; Schäben S. 23; Ramie (Chinagras) S. 24.	
2. Kunstfasern . . . . .	24
Kunstseide, Zellwolle S. 24.	
3. Tierische Fasern . . . . .	25
Wolle S. 25; Leder S. 25.	
4. Mineralfasern . . . . .	25
Asbest S. 25; Glas- und Schlackenwolle S. 25.	
Einfluß der Mahlung auf die Erkennbarkeit der Fasern . . . . .	25
III. Faser-Mikroskopie . . . . .	26
1. Instrumente und Methodik . . . . .	26
Allgemeines S. 26; Untersuchung im auffallenden Licht S. 28; Lumineszenz-Mikroskopie S. 30; Untersuchung im polarisierten Licht S. 30; Mikrophotographie S. 31; Vorbereitung des Papiers zum Mikroskopieren S. 33; Herstellung der Präparate S. 35.	
2. Unterscheidung der Faserarten mit Hilfe färbender Lösungen . . . . .	36
a) Trennung nach Gruppen . . . . .	36
b) Sonderuntersuchungen . . . . .	38
a) Unterscheidung von Nadel- und Laubholzschliff in Gemischen . . . . .	38
β) Trennung von alkalisch aufgeschlossenem Stroh-, Esparto- und Laubholzzellstoff von Nadelholzzellstoff . . . . .	38
γ) Trennung gebleichten Jutezellstoffes von Hadern . . . . .	38

	Seite
δ) Unterscheidung von Baumwolle und Holzstoff in Pergamentpapier	39
ε) Unterscheidung von Sulfit- und Natronzellstoff . . . . .	39
1. Unterscheidung bei ungebleichten Stoffen . . . . .	39
Methode nach LOFTON und MERRITT S. 39; Abgeänderte Methode nach LOFTON und MERRITT S. 39.	
2. Unterscheidung bei gebleichten Stoffen . . . . .	40
a) Unterscheidung durch sekundäre Fluoreszenz S. 40; b) Unterscheidung auf Grund morphologischer Merkmale S. 41.	
ζ) Unterscheidung von gebleichtem und ungebleichtem Zellstoff im Papier	43
1. Verfahren nach BRIGHT . . . . .	43
Originalmethode . . . . .	43
Abgeänderte Verfahren: a) Methode von FILZ S. 44; b) Methode von KANTROWITZ und SIMMONS S. 44; M.P.A.-Methode S. 44.	
2. Verfahren nach KLEMM . . . . .	45
3. Verfahren nach NOLL . . . . .	45
Verfahren bei der Untersuchung von Pergamentpapier . . . . .	46
c) Beurteilung des Aufschlußgrades von Zellstoffen in Papier. . . . .	46
1. Anfärbung mit Jodlösungen S. 46; 2. Anfärbung mit Malachitgrün S. 46; 3. Anfärbung mit Malachitgrün und Kongorot S. 46; 4. Anfärbung mit einem Gemisch von Malachitgrün und Fuchsin nach LOFTON-MERRITT S. 46.	
3. Mikroskopische Bestimmung der Mengenverhältnisse der Fasern. . . . .	48
a) Schätzung S. 48; b) Zählmethode S. 50; c) Genauigkeit der Ergebnisse S. 51.	
4. Vergleichsproben . . . . .	51
IV. Makroskopische Bestimmung verholzter Fasern . . . . .	51
a) Qualitativer Nachweis . . . . .	51
1. Phloroglucin-Reaktion S. 52; 2. Reaktion mit schwefelsaurem Anilin S. 52; 3. WURSTERS Reaktion mit Dimethyl-paraphenylen-diamin S. 52	
b) Quantitative Bestimmung . . . . .	53
V. Chemische Bestimmung einiger Faserarten . . . . .	54
1. Holzschliffgehalt . . . . .	54
2. Wollgehalt . . . . .	57
3. Ledergehalt . . . . .	58
4. Asbestgehalt . . . . .	58
<b>B. Leim- und Imprägniermittel. . . . .</b>	<b>58</b>
Allgemeines . . . . .	58
I. Harzleim . . . . .	59
1. Nachweis von Harzleim S. 59; 2. Bestimmung der Menge an Leimungsharz S. 60.	
II. Tierleim . . . . .	61
1. Tierleim-Nachweis S. 61; Unterscheidung zwischen Tierleim und Kasein S. 64; 2. Bestimmung der Menge an Tierleim S. 62.	
III. Kasein . . . . .	63
1. Kasein-Nachweis S. 63; Bestimmung der Menge an Kasein S. 64.	
IV. Stärke . . . . .	64
1. Stärke-Nachweis S. 64; Bestimmung des Stärkegehaltes S. 65.	
V. Montanwachs . . . . .	65
VI. Selten vorkommende Leimmittel organischer Natur . . . . .	66
VII. Mineralische Leimmittel . . . . .	66
VIII. Imprägniermittel . . . . .	66
Allgemeines . . . . .	66
1. Vorprüfung . . . . .	67
2. Systematische Untersuchung . . . . .	69
3. Besondere Verfahren . . . . .	69
a) Nachweis von Kautschuk und -Vulkanisaten S. 69; b) Papiere mit gehärteten Tierleim-, Eiweiß- und Kasein-Imprägnierungen S. 69; c) Papiere mit Oberflächenbehandlung S. 70; d) Quantitative Paraffinbestimmung an paraffinierten Papieren S. 70; e) Quantitative Glycerinbestimmung S. 70; f) Erkennung von Farbstoffen in gefärbten und bedruckten Papieren S. 75; Nachweis von Taninn S. 75.	

	Seite
<b>C. Aschengehalt — Art und Menge der Füllstoffe</b> . . . . .	75
Allgemeines . . . . .	75
1. Bestimmung des Aschengehaltes. . . . .	77
2. Bestimmung der Art und Menge von Füllstoffen. . . . .	78
<b>D. Säuregrad — Säuregehalt</b> . . . . .	80
Allgemeines . . . . .	80
I. Säuregrad ( $p_H$ -Zahl) . . . . .	82
a) Grundlagen der $p_H$ -Messung . . . . .	82
b) Messung am Papier . . . . .	83
$\alpha$ ) Auflegen von Indikatorpapier S. 83; $\beta$ ) Auftropfen von Indikatorlösungen S. 84; $\gamma$ ) Elektrometrische Messung S. 84.	
c) Messung am wäßrigen Auszug . . . . .	84
1. Herstellung des Auszugs. . . . .	84
2. Kolorimetrische Messung. . . . .	85
3. Elektrometrische Messung . . . . .	86
Auswahl der Meßelektrode S. 86; Eichung der Elektroden und Fehler- ursachen bei Störungen S. 88.	
II. Säure- bzw. Alkaligehalt. . . . .	89
1. Methode von KÖHLER und HALL . . . . .	89
2. Methode der American Society for Testing Materials . . . . .	90
3. M.P.A.-Methode . . . . .	90
<b>E. Gehalt an elektrolytisch wirksamen Anteilen</b> . . . . .	90
<b>F. Metallschädliche Bestandteile</b> . . . . .	91
Allgemeines . . . . .	91
1. Nachweis von metallschädlichen Bestandteilen. . . . .	92
2. Praktische Korrosionsversuche . . . . .	93
a) Wickelversuche S. 94; b) Schnellprüfung nach DALÉN S. 94.	
<b>G. Flecke im Papier</b> . . . . .	95
Allgemeines S. 95; Nachweis der Art der Flecke S. 96.	

## Mechanisch-technologische und physikalische Prüfung.

<b>Allgemeine Prüfungsbedingungen</b> . . . . .	101
I. Luftfeuchtigkeit und Temperatur . . . . .	102
1. Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf den Wassergehalt von Papier. . . . .	102
2. Einfluß der Beschaffenheit des Papiers auf seinen Wassergehalt . . . . .	103
3. Einfluß der Temperatur auf den Wassergehalt von Papier . . . . .	106
4. Einfluß des Wassergehaltes von Papier auf die physikalischen und me- chanischen Eigenschaften . . . . .	107
a) Physikalische Eigenschaften . . . . .	107
b) Mechanische Eigenschaften . . . . .	108
c) Einfluß der Sorptionshysteresis auf die Festigkeitseigenschaften . . . . .	109
5. Einfluß der Temperatur auf die Festigkeitseigenschaften . . . . .	110
6. Messung und Regelung der Luftfeuchtigkeit im Prüfraum . . . . .	111
a) Grundbegriffe . . . . .	112
b) Messung der Luftfeuchtigkeit . . . . .	113
$\alpha$ ) Psychrometrische Methode S. 113, $\beta$ ) Haarhygrometer S. 115.	
c) Regelung der Luftfeuchtigkeit und Temperatur . . . . .	116
II. Einfluß der Probenabmessungen . . . . .	118
III. Zeitabhängigkeit . . . . .	119
IV. Einfluß der Anzahl der Einzelversuche . . . . .	120
<b>A. Mechanische Prüfungen</b> . . . . .	121
I. Probenentnahme und Vorbereitung der Proben für die Prüfung	121
Bestimmung der Längs- und Querrichtung . . . . .	123
Bestimmung der Sieb- und Oberseite . . . . .	124
II. Quadratmetergewicht — Dicke — Raumgewicht . . . . .	125
1. Quadratmetergewicht S. 125; 2. Dicke S. 126; 3. Raumgewicht S. 128.	
III. Zugfestigkeit . . . . .	128
1. Begriffsbestimmungen . . . . .	128
a) Bruchlast und Dehnung. . . . .	128
b) Reißlänge . . . . .	129
c) Zerreiẞarbeit . . . . .	130

	Seite
2. Der Zugversuch . . . . .	131
a) Prüfapparate . . . . .	131
b) Einfluß der Versuchsbedingungen . . . . .	135
$\alpha$ ) Luftfeuchtigkeit und Temperatur S. 135; $\beta$ ) Abmessungen der Probestreifen S. 136; $\gamma$ ) Versuchsdauer S. 137.	
c) Einfluß des Quadratmetergewichtes . . . . .	137
d) Zugfestigkeit und Dehnung in den beiden Hauptrichtungen des Papiers	138
e) Ausführung des Zugversuchs nach DIN DVM 3412 . . . . .	139
3. Die Bestimmung der Zugfestigkeit des Papiers senkrecht zur Blattebene .	140
IV. Berstwiderstand . . . . .	141
1. Begriffsbestimmungen . . . . .	141
a) Berstdruck, Wölbhöhe, Flächendehnung . . . . .	141
b) Berstfläche, relativer Berstdruck, Berstblattzahl . . . . .	142
c) Berstfestigkeit, Stofffestigkeit, Stoffdehnung, Berstreißlänge . . . . .	142
d) Berstarbeit . . . . .	144
2. Der Berstversuch . . . . .	147
a) Prüfapparate . . . . .	147
Berstdruckprüfer SCHOPPER-DALÉN S. 148; MULLEN-Prüfer S. 150.	
b) Einfluß der Versuchsbedingungen . . . . .	151
$\alpha$ ) Luftfeuchtigkeit und Temperatur S. 151; $\beta$ ) Größe der Prüffläche S. 151; $\gamma$ ) Versuchsdauer S. 152; $\delta$ ) Anzahl der Einzelversuche S. 152.	
c) Einfluß des Quadratmetergewichtes . . . . .	152
d) Ausführung des Berstversuches nach DIN DVM 3412 . . . . .	152
V. Elastizität. . . . .	153
Allgemeines S. 153; 1. Zugelastizität S. 154; 2. Berstelastizität S. 156;	
3. Stoßelastizität S. 156.	
VI. Falz- und Dauerbiegewiderstand. . . . .	158
Allgemeines . . . . .	158
1. Falzwiderstand . . . . .	159
a) Beschreibung des SCHOPPERSchen Falzapparates. . . . .	159
b) Einfluß der Versuchsbedingungen . . . . .	161
$\alpha$ ) Luftfeuchtigkeit und Versuchstemperatur S. 161; $\beta$ ) Spezifische Zugbeanspruchung S. 162; $\gamma$ ) Abmessungen der Probestreifen S. 162; $\delta$ ) Versuchsgeschwindigkeit S. 162; $\epsilon$ ) Anzahl der Einzelversuche S. 162.	
c) Einfluß des Quadratmetergewichtes auf den Falzwiderstand . . . . .	163
d) Durchführung des Falzversuches nach DIN DVM 3412 . . . . .	164
e) Prüfung des SCHOPPERSchen Falzers . . . . .	164
2. Dauerbiegewiderstand . . . . .	164
a) Beschreibung und Wirkungsweise des SCHOPPERSchen Dauerpiegeprüfers	165
b) Einfluß der Versuchsbedingungen. Relativer Dauerbiegewiderstand . .	166
c) Abhängigkeit des Dauerbiegewiderstandes vom Quadratmetergewicht .	168
VII. Einreiß- und Durchreißwiderstand. . . . .	169
Allgemeines. . . . .	169
1. Durchreiß-(Weiterreiß)-Widerstand . . . . .	170
a) ELMENDORF-Gerät . . . . .	170
$\alpha$ ) Beschreibung des Apparates S. 170; $\beta$ ) Abmessungen S. 169; $\gamma$ ) Be- ziehung zwischen Durchreißkraft und Quadratmetergewicht S. 172.	
b) BRECHT-IMSET-Gerät . . . . .	172
2. Einreißwiderstand . . . . .	174
a) M.P.A.-Einreißgerät . . . . .	174
b) GURLEY-Apparat . . . . .	174
c) SCHOPPERS Torsionsfestigkeitsprüfer . . . . .	174
VIII. Widerstand gegen Schlagbeanspruchung. . . . .	175
SCHOPPERS Pendelschlagwerk . . . . .	175
IX. Biegesteifigkeit . . . . .	177
Allgemeines . . . . .	177
1. Meßverfahren auf exakter Grundlage . . . . .	177
a) Methode von BRECHT und BLIKSTAD S. 177; b) Balkenprobe S. 179.	
2. Empirische Methoden . . . . .	180
a) SCHACHTScher Apparat S. 180; b) EWALDScher Apparat S. 181; c) Ap- parat von CORNELY und WIESDORF S. 181; d) Weitere empirische Ver- fahren S. 182.	

	Seite
X. Biegefestigkeit von Pappe . . . . .	182
Pappenbiegeprüfer NAUMANN-SCHOPPER . . . . .	182
XI. Verdrehwiderstand . . . . .	184
SCHOPPERS Torsionsprüfer . . . . .	184
XII. Härte von Pappen . . . . .	185
SCHOPPERS Druckpresse . . . . .	185
XIII. Widerstand gegen Scheuerbeanspruchung . . . . .	187
SCHOPPERS Rundscheuergerät S. 187; Naßreibprüfer des Bureau of Standards S. 188.	
XIV. Rillfähigkeit von Pappe und Karton . . . . .	188
SCHOPPERS Rillgerät . . . . .	188
<b>B. Physikalische Prüfungen . . . . .</b>	<b>188</b>
I. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes . . . . .	188
II. Flächenänderung von Papier unter dem Einfluß von Feuchtigkeit . . . . .	190
1. Apparat von FENCHEL zur Bestimmung der Paßfähigkeit . . . . .	191
2. Apparat der Cambridge Instrument Co. (England) . . . . .	192
3. Komparator-Methode . . . . .	193
III. Leimungsgrad-Leimfestigkeit . . . . .	193
Allgemeines . . . . .	193
1. Verfahren unter Anwendung gegenseitig wirkender Lösungen . . . . .	194
a) Verfahren von LEONHARDI S. 194; b) Verfahren von POST S. 194;	
c) Verfahren von SCHLUTTIG und NEUMANN S. 194; d) Verfahren von KOLLMANN S. 195; e) Verfahren von STÖCKIGT S. 195.	
2. Verfahren mit Tinte als Prüfmittel . . . . .	195
a) Schwimmmethode nach KLEMM S. 195; b) Verfahren nach HENNING S. 196; c) Bestimmung der Saugzone nach KLEMM S. 196; Abgeänderte KLEMMsche Methode von BRECHT und LIEBERT S. 196; d) Verfahren nach ALBRECHT S. 197; e) Verfahren von BRECHT und LIEBERT S. 197; f) Federstrichmethode S. 198; g) Prüfung auf Gleichmäßigkeit der Leimung S. 202.	
3. Verfahren mit Wasser als Prüfmittel . . . . .	203
a) Trockenindikator-Methode S. 203; b) Schwimmkammer-Methode nach NOLL und PREISS S. 203; c) Bestimmung der Saugzone nach KLEMM S. 203; d) CURL-Methode S. 203.	
4. Verfahren mit Öl, Druckfarbe u. dgl. als Prüfmittel . . . . .	203
5. Verfahren auf Grund der Leitfähigkeitsmessung . . . . .	204
6. Kombiniertes Prüfsystem nach BRECHT und LIEBERT . . . . .	204
Normung der Leimungsgradprüfung . . . . .	205
IV. Wasserdurchlässigkeit . . . . .	206
1. Verfahren zur Bestimmung der durchgehenden Wassermenge . . . . .	206
a) Trichterversuch S. 206; b) Muldenversuch S. 207; c) Wasserdurchlässigkeitsprüfer für Gewebe und Papier nach SCHOPPER S. 209; d) Verfahren nach MANEGOLD und SOLF S. 207; e) Schalenmethode S. 208.	
2. Verfahren zur Bestimmung des Druckes, bei dem das Wasser durchdringt . . . . .	208
a) Vorrichtung des Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem S. 208; Wasserdruckprüfer der Firma SCHOPPER S. 209	
3. Bestimmung der Durchdringungszeit . . . . .	210
a) Mattglas-Methode des Bureau of Standards . . . . .	210
b) Schwimmmverfahren . . . . .	210
$\alpha$ ) Methode von STÖCKIGT S. 210; $\beta$ ) „Dry-Indicator“-Methode des Bureau of Standards S. 210; $\gamma$ ) Schwimmkammer-Methode von NOLL und PREISS S. 211.	
e) Verfahren von BEKK . . . . .	212
Auswahl des geeigneten Prüfverfahrens. . . . .	213
V. Filtriergeschwindigkeit und Scheidefähigkeit . . . . .	214
1. Filtriergeschwindigkeit; HERZBERGS Filtrierpapierprüfer . . . . .	214
2. Scheidefähigkeit . . . . .	215

	Seite
VI. Saugfähigkeit . . . . .	216
Allgemeines . . . . .	216
Prüfverfahren . . . . .	216
1. Saughöhe . . . . .	216
Saugfähigkeit für Öl S. 217.	
2. Beurteilung der Saugfähigkeit von der Fläche aus . . . . .	218
Löschpapierprüfer von DALÉN S. 218; Einige Versuchsergebnisse bei der Prüfung von Löschpapier S. 220; Sonstige Anforderungen an Löschpapier S. 220.	
3. Bestimmung der Saugfähigkeit von Zellstoffwatte nach PRAETORIUS und HILLMER . . . . .	221
VII. Wasseraufnahmevermögen . . . . .	223
VIII. Naßfestigkeit . . . . .	225
IX. Wasserdampfdurchlässigkeit . . . . .	225
Allgemeines . . . . .	225
Meßgrößen und Einfluß der Versuchsbedingungen . . . . .	228
Prüfverfahren und Prüfgeräte . . . . .	230
1. Wasserdampfdurchlässigkeitsprüfer nach STAEDEL . . . . .	232
2. Versuchsanordnung nach HARAYANAMURTI und LEHMANN-OLIVA . . . . .	233
3. Verfahren des Institutes für Lebensmittelfrischhaltung . . . . .	233
4. Verfahren von SCHÜTZ und SCHRÖDNR . . . . .	234
5. Genormte Verfahren . . . . .	234
X. Luftdurchlässigkeit . . . . .	236
Allgemeines . . . . .	236
1. Physikalische Grundlagen der Gasdurchlässigkeit von Papier . . . . .	236
2. Einfluß der Versuchsbedingungen . . . . .	238
a) Abhängigkeit von der Druckdifferenz S. 238; b) Einfluß der Prüf- fläche S. 238; c) Einfluß der Versuchsdauer S. 239; d) Abhängigkeit von der Luftfeuchtigkeit und Temperatur S. 240.	
3. Beziehung zwischen Dicke und Luftdurchlässigkeit . . . . .	240
4. Prüfverfahren und Prüfgeräte . . . . .	240
a) SCHOPPERS Luftdurchlässigkeitsprüfer für Papier S. 240; b) Versuchs- anordnung von DALÉN S. 242; c) GURLEY-Densometer S. 242; d) Ver- fahren nach WOŁODKEWITSCH S. 243; e) Andere Prüfverfahren S. 244.	
5. Bestimmung der Luftdurchlässigkeit nach DIN DVM 3412 . . . . .	244
XI. Fettdichtigkeit . . . . .	245
1. Blasenprobe . . . . .	245
Gerät von NOLL und NAGEL . . . . .	246
2. Unmittelbare Prüfung mit fettigen und öligen Stoffen . . . . .	246
a) Schweineschmalzprobe S. 246; b) Terpentinölprobe S. 247; c) Ver- fahren nach NOLL und NAGEL S. 247; d) Verfahren von BEKK S. 248.	
Beurteilung der Verfahren . . . . .	248
XII. Glätte . . . . .	248
1. Bestimmung durch Abtasten der Oberfläche . . . . .	248
2. Bestimmung auf mechanischem Wege durch Messung der Reibung . . . . .	248
3. Bestimmung der Glätte aus der Oberflächenporosität nach BEKK . . . . .	249
4. Beurteilung der Glätte aus der Oberflächenstruktur bei schwacher Ver- größerung und Schrägllicht . . . . .	251
5. Bestimmung der Glätte nach dem Glanz . . . . .	251
XIII. Optische und photometrische Prüfungen <sup>1</sup> . . . . .	253
1. Allgemeines . . . . .	253
2. Lichtdurchlässigkeit und Lichtstreuung . . . . .	254
a) Durchlaßgrad . . . . .	255
$\alpha$ ) Bestimmung nach DIN 5032 S. 255; $\beta$ ) Verfahren von KLEMM S. 255;	
$\gamma$ ) Verfahren von RESS S. 256; $\delta$ ) Verfahren von MAXIMOWITSCH S. 257;	
$\epsilon$ ) Messung des scheinbaren Reflexionsgrades über weißer und schwarzer Unterlage S. 257.	
b) Lichtstreuung . . . . .	258
c) Lichtdichtigkeit . . . . .	258
d) Durchlässigkeit für ultraviolette Strahlung . . . . .	259

<sup>1</sup> Bearbeitet von Dozent Dr.-Ing. habil. MANFRED RICHTER, Berlin-Dahlem.

	Seite
3. Lichtrückwerfung und Weißgrad . . . . .	259
a) Reflexionsgrad S. 259; b) Remissionsgrad S. 261; c) Weißgrad S. 262.	
4. Glanzmessung . . . . .	263
a) Glanzmeßgeräte der Firmen Goerz und Askania S. 264; b) Verfahren von OSTWALD S. 264; c) Verfahren von KLUGHARDT S. 264; d) Verfahren von RICHTER S. 265; e) Verbessertes KLUGHARDTSches Verfahren S. 265.	
5. Farbmessung . . . . .	267
a) Farbmaßzahlen . . . . .	267
b) Bestimmung der Farbmaßzahlen . . . . .	269
$\alpha$ ) Reizmetrische Messungen S. 269; $\beta$ ) empirische Verfahren S. 269.	
c) Normalbeleuchtung . . . . .	270
6. Lichtechtheitsbewertung . . . . .	270
XIV. Besondere Prüfverfahren für Druckpapier . . . . .	272
Allgemeines . . . . .	272
1. Glätte . . . . .	272
2. Saugfähigkeit . . . . .	272
3. Gleichmäßigkeit der Farbaufnahme . . . . .	274
4. Schwärzungsgrad und Durchschlagen der Druckfarbe . . . . .	274
5. Rupffestigkeit. . . . .	274
6. Stäuben . . . . .	276
7. Prüfung der Papieroberfläche auf sandige Bestandteile . . . . .	277
XV. Wärmebeständigkeit. . . . .	278
XVI. Dauerhaftigkeit. . . . .	281
Allgemeines . . . . .	281
1. Einfluß des Fasermaterials auf die Dauerhaftigkeit . . . . .	282
2. Einfluß der Leim- und Füllstoffe auf die Dauerhaftigkeit . . . . .	284
a) Leimmittel S. 284; b) Füllstoffe S. 284.	
3. Prüfung auf Dauerhaftigkeit. . . . .	284
a) Natürliche Alterungsversuche S. 284; b) Künstliche Alterungsversuche S. 285.	
4. Vorschriften für dauerhafte Papiere . . . . .	286
XVII. Vergilbung . . . . .	287
Allgemeines . . . . .	287
1. Nachweis und Bestimmung von Beimengungen, die Vergilbungsneigung holzfreier Papiere hervorrufen . . . . .	288
Bestimmung von Eisen S. 288; Qualitativer Nachweis von Oxycellulose S. 289.	
2. Belichtungs- und Erwärmungsversuche zur Prüfung auf Vergilbungsneigung . . . . .	289
<b>C. Sonderverfahren . . . . .</b>	<b>290</b>
Radierbarkeit . . . . .	290
Unterscheidung zwischen echtem und unechtem Pergamentpapier . . . . .	291
1. Kauprobe S. 291; 2. Wasserbehandlung S. 291; 3. Behandlung mit Natronlauge S. 292; 4. Nachweis von Amyloid S. 292; 5. Untersuchung im polarisierten Licht nach SALVATERRA und Noss S. 292; 6. Englische Zollvorschrift S. 292.	
Unterscheidung handgeschöpfter Papiere von maschinell mit Formen geschöpften . . . . .	293
Unterscheidung natürlicher und künstlicher Wasserzeichen . . . . .	293

## Zweiter Teil: Zellstoff- und Holzschliffprüfung.

<b>I. Bestimmung der Faserabmessungen . . . . .</b>	<b>295</b>
1. Mikroskopische Messung der Faserlänge und Faserbreite. . . . .	295
a) Unmittelbare Messung . . . . .	295
b) Projektionsverfahren . . . . .	296
c) Herstellung der Präparate und Durchführung der Bestimmung . . . . .	298
d) Auswahl der Fasern. . . . .	299
e) Anzahl der Einzelmessungen . . . . .	299
f) Auswertung der Messungen . . . . .	299



	Seite
2. Siebanalyse . . . . .	303
H.S.-Apparat von Leje u. Thurne S. 303; Research Flower-Tester nach HURUM-KLEM S. 304; Siebanalysator nach SCHMIDT S. 305.	
<b>II. Festigkeitsprüfung von Zellstoffen . . . . .</b>	<b>306</b>
1. Bestimmung der Eigenfestigkeit der Zellstofffaser . . . . .	306
2. Bestimmung der Gefügestärke von Zellstoff . . . . .	307
Grundsätzliches . . . . . 307	
A. Gerät zur Herstellung von Versuchsblättern . . . . .	308
1. Aufschlaggerät zum Zerfasern des Stoffes für die Prüfung im ungemahlten Zustand . . . . .	309
2. Mahlgeräte . . . . .	310
a) Versuchsholländer S. 310; b) CLARK-Kollergang S. 310; c) Drehkreuzmühle nach STRECKER S. 311; d) Kugelmühlen S. 311; e) Jokromühle S. 311.	
Abhängigkeit der Versuchsergebnisse vom Mahlgerät . . . . . 312	
3. Gerät zur Aufteilung des Stoffes für die Blattherstellung und Mahlgradbestimmung . . . . .	313
4. Mahlgradprüfer . . . . .	313
a) Ältere Apparate . . . . . 313	
b) Mahlgradprüfer SCHOPPER-RIEGLER . . . . . 314	
Prinzip des Verfahrens S. 314; Bau, Instandhaltung und Kontrolle des Gerätes S. 315; Probenentnahme für den Versuch S. 316; Berichtigung des Mahlgrades S. 317; Einfluß der Temperatur des Stoffwassers S. 318; Genauigkeit der Ergebnisse S. 318.	
c) Amerikanische Mahlgradprüfer . . . . . 318	
5. Geräte zur Blattbildung, Pressung und Trocknung . . . . .	319
a) Blattbildungsapparat „Rapid-Köthen“ S. 319; b) Blattbildungsapparat „Jokro“ S. 324; c) Blattbildungsapparat der Firma Dr. C. O. STRECKER S. 325.	
B. Arbeitsvorschrift der deutschen Einheitsmethode für die Festigkeitsprüfung von Zellstoffen . . . . .	326
1. Lagerung der Proben. . . . .	326
2. Vorbereitung der Proben . . . . .	326
a) Überführung in eine geeignete Zustandsform S. 326; b) Trockengehaltsbestimmung S. 326; c) Einwaage für die Zerfaserung S. 326, d) Einwaage für die Mahlung in der Jokromühle S. 327; e) Quellung S. 327; f) Zerkleinerung der Probe S. 327.	
3. Zerfaserung der Probe für die Festigkeitsprüfung im ungemahlten Zustand. . . . .	327
4. Mahlung des Stoffes in der Jokromühle . . . . .	327
5. Egalisierung des gemahlten Stoffes . . . . .	328
6. Mengenverteilung . . . . .	328
7. Mahlgradbestimmung . . . . .	329
8. Blattherstellung . . . . .	330
9. Klimatisierung der Prüfblätter . . . . .	331
10. Aufteilen und Schneiden der Prüfblätter . . . . .	332
11. Prüfung der Blätter . . . . .	332
Quadratmetergewicht S. 332; Dicke S. 332; Raumgewicht S. 332; Trockengehalt S. 332; Zugfestigkeit S. 332; Berstfestigkeit S. 333; Falzwiederstand S. 333; Durchreißfestigkeit S. 333.	
12. Darstellung und Beurteilung der Ergebnisse . . . . .	333
C. Standardmethoden anderer Länder . . . . .	333
Schrifttum über die Festigkeit von Zellstoff . . . . . 336	
<b>III. Prüfung von Holzschliff . . . . .</b>	<b>338</b>
Standardverfahren zur Gütebeurteilung von Holzschliff nach BRECHT und HOLL 338	
I. Allgemeine Angaben . . . . . 338	
II. Vorbereitung der Probe zur Prüfung . . . . . 338	
III. Prüfung . . . . . 338	
1. Kennzeichnung des Aussehens . . . . . 338	
Bildliche Darstellung S. 338; Weißgehalt S. 339; Farbbestimmung S. 339.	

	Seite
2. Formkennzeichnung durch Siebfraktionierung und Splittergehaltbestimmung . . . . .	339
Siebfraktionierung S. 339; Splittergehaltbestimmung S. 340.	
3. Entwässerungsverhalten . . . . .	340
Schmierigkeitsgrad S. 340; Entwässerungsdauer S. 340.	
4. Blatteigenschaften . . . . .	340
5. Sonstige Angaben und Bemerkungen . . . . .	341
Ermittlung des Trockengehalts von Holzschliff . . . . . 341	
<b>IV. Prüfung von Zellstoff auf mechanische Pergamentierfähigkeit . . . . .</b>	<b>342</b>
Allgemeines . . . . . 342	
Arbeitsvorschrift für die Bestimmung der Pergamentierschwelle nach der deutschen Einheitsmethode . . . . . 342	
<b>V. Prüfung von Zellstoff auf schädliches Harz . . . . .</b>	<b>343</b>
Allgemeines . . . . . 343	
Arbeitsvorschrift der deutschen Einheitsmethode . . . . . 345	
<b>VI. Prüfung von Zellstoff auf Neigung zum Vergilben . . . . .</b>	<b>346</b>
1. Lichtvergilbung . . . . . 346	
2. Wärmevergilbung . . . . . 346	
3. Alkalivergilbung . . . . . 346	
<b>VII. Bestimmung des Quellvermögens . . . . .</b>	<b>347</b>
Allgemeines . . . . . 347	
1. Saughöhe S. 347; 2. Lineare Ausdehnung, Quellmittelaufnahme, Dickenquellvolumen S. 348; 3. Bogendichte und Porosität S. 349.	
<b>VIII. Bestimmung der Viskosität von Zellstofflösungen . . . . .</b>	<b>350</b>
Allgemeines . . . . . 351	
Bestimmung der Kupferamminviskosität . . . . . 352	
1. Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure . . . . . 352	
2. Konventionsverfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern . . . . . 354	
Bestimmung der Xanthogenat-Viskosität . . . . . 357	
1. Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure . . . . . 357	
2. Methode der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern . . . . . 359	
<b>IX. Bestimmung des Polymerisationsgrades von Zellstoffen . . . . .</b>	<b>359</b>
Allgemeines . . . . . 359	
Polymerisationsgradbestimmung nach STAUDINGER. Abgeändertes Verfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern . . . . . 360	
<b>X. Prüfung von Zellstoff auf Filtrierbarkeit der daraus hergestellten Viskose . . . . .</b>	<b>363</b>

**Chemische Kennzahlen von Zellstoffen.**

Vorbereitung der Probe zur Analyse . . . . .	367
Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes . . . . .	367
Aschengehalt . . . . .	368
Harz- und Fettgehalt . . . . .	368
Alkoholextrakt S. 369; Zerlegung von Harzextrakten in Unverseifbares, Fettsäuren und Harzsäuren S. 369.	
Aufschlußgrad . . . . .	370
Ligningehalt . . . . .	372
Kupferzahl . . . . .	372
Alpha-Cellulose, Gesamtalkalilösliches, Beta- und Gamma-Cellulose . . . . .	374
Holzgummi . . . . .	376
Pentosangehalt („Tollens-Zahl“) . . . . .	377

**Anhang.**

Vorschriften, Normen, Dienstanweisungen . . . . .	379
Amtlich zugelassene Wasserzeichen . . . . .	381
<b>Namenverzeichnis . . . . .</b>	<b>384</b>
<b>Sachverzeichnis . . . . .</b>	<b>388</b>

## Verzeichnis der Bildtafeln im Anhang.

Tafel I	Weißer Holzschliff von Nadelholz
Tafel II	Braunschliff von Nadelholz
Tafel III	Jute
Tafel IV	Kiefern-Natronzellstoff
Tafel V	Fichten-Sulfitzellstoff
Tafel VI	Birkenzellstoff
Tafel VII	Pappelzellstoff
Tafel VIII	Buchenzellstoff
Tafel IX	Eukalyptuszellstoff
Tafel X	Strohzellstoff
Tafel XI	Alfa-(Esparto-)Zellstoff
Tafel XII	Reisstrohzellstoff
Tafel XIII	Maisstrohzellstoff
Tafel XIV	Pfahlrohr-(Arundo donax-) Zellstoff
Tafel XV	Bambuszellstoff
Tafel XVI	Zuckerrohrzellstoff
Tafel XVII	Papyruszellstoff
Tafel XVIII	Kartoffelkrautzellstoff
Tafel XIX	Manilazellstoff
Tafel XX	Stegmata aus der Asche von Manilahanf
Tafel XXI	Adansonia
Tafel XXII	Gampi
Tafel XXIII	Mitsumata
Tafel XXIV	Kodzu
Tafel XXV	Papierstoff aus Torf
Tafel XXVI	Baumwolle
Tafel XXVII	Leinen
Tafel XXVIII	Ramie
Tafel XXIX	Wolle
Tafel XXX	Asbest
Tafel XXXI	Verschiedene Mahlzustände an Papierfasern
Tafel XXXII	Verschiedene Mahlzustände an ungebleichtem Sulfitzellstoff (Holländermahlung)
Tafel XXXIII	Färbung der Fasern in Jod-Jodkaliumlösung
Tafel XXXIV	Färbung der Fasern in Chlorzinkjodlösung
Tafel XXXV	Anfärbung nach LOFTON-MERRITT
Tafel XXXVI	Anfärbung nach BRIGHT
Tafel XXXVII	Anfärbung nach SCHULZE
Tafel XXXVIII	Phloroglucinreaktion bei Papieren mit geringem Holzschliffgehalt

Erster Teil.

## Papierprüfung.

### Zusammensetzung des Papiers.

#### A. Faserstoffe.

Die eigentlichen Rohstoffe für die Papierherstellung bilden die Faserstoffe und unter ihnen an erster Stelle die *Pflanzenfasern*, die sich in besonderem Maße zur Papierherstellung eignen. Fasern des Tierreiches (Wolle, Lederabfälle) und Mineralfasern (Asbest) finden nur bei einigen Sonderprodukten Verwendung. Kunstfasern (Kunstseide, Zellwolle) kommen nur als unbeabsichtigte Beimengungen in Hadernpapieren oder hadernhaltigen Papieren vor.

Die Bestimmung der im Papier enthaltenen Faserarten und ihrer Mengenanteile erfolgt fast ausschließlich auf mikroskopischem Wege.

#### I. Morphologie der Pflanzenfasern.

Der Begriff „Faser“ ist nicht eindeutig. Während z. B. die Textil- oder „technischen“ Fasern fast stets aus Zellverbänden (Gefäßbündel oder Gefäßbündelanteile) bestehen, sind die Papierfasern „Elementarfasern“, d. h. einzelne Zellen. Stets handelt es sich jedoch um langgestreckte Gebilde.

Die Papierfasern sind mehr oder weniger dickwandige, nach den Enden zu sich verjüngende spindelförmige Zellen (Prosenchymzellen). Außer ihnen finden sich im Papier mitunter noch Begleitbestandteile (Parenchymzellen, Gefäße, Haare, Epidermis-, Markstrahlzellen u. dgl.), die für die mikroskopische Bestimmung mancher Faserarten von besonderem Wert sind und geradezu als „Leitelemente“ bezeichnet werden können. Die Kenntnis der Art und Herkunft dieser Nebenbestandteile ist deshalb ebenfalls unerlässlich.

1. Das Grundorgan jeder Pflanze ist die *Zelle*, einer der unzähligen Bausteine, aus denen sich der Pflanzenkörper aufbaut. Wesentlichster Bestandteil einer Zelle und Sitz aller Lebensvorgänge ist das Protoplasma mit dem Zellkern. Aus der äußersten Schicht des Protoplasmas geht die Wandung der jugendlichen Zelle in Form einer dünnen Haut hervor, die im Verlauf des Dickenwachstums durch Neubildung weiterer Schichten von innen aus verstärkt wird. Einzelne solcher Schichten oder Lamellen zerfallen bei mechanischer Behandlung der gequollenen Faser in dünne Fäserchen, Fibrillen genannt. Die Zellwand ist somit durch eine Fibrillen- und Schichtenstruktur gekennzeichnet. Über den weiteren Feinbau gehen jedoch die Ansichten der verschiedenen Forscher noch auseinander<sup>1</sup>. Als Beispiel eines Aufbauschemas der Faserzellen ist in Abb. 1 das nach LÜDTKE<sup>2</sup> wiedergegeben. Hiernach sind drei Lamellen zu unterscheiden, die das Zellinnere, das Lumen, umgeben, und zwar von innen nach außen die Tertiär-, die Sekundär- und die Primärlamelle. An diese schließt sich bei der noch im Gewebe befindlichen, nicht isolierten Faser die Mittellamelle an, die

<sup>1</sup> KRÜGER, D.: Die Struktur der Cellulosefasern. *Zellstoff u. Papier* **13** (1933) S. 9

<sup>2</sup> LÜDTKE, M.: Über die Organisation der pflanzlichen Zellmembran. *Cellulose-Chem.* **13** (1932) S. 169—175, 191—195 u. **14** (1933) S. 1—9.

zwei Zellen untereinander verbindet. Während es sich bei der Primär- und Tertiärlamelle um sehr dünne Häute handelt, besitzt die Sekundärlamelle, der Hauptteil der Wandung, mehrere Schichten. Die einzelnen Schichten bestehen aus einer Reihe von Streifen, die zu einem hohlen Zylinder zusammengelegt sind. Die Streifen zweier benachbarter Schichten bilden stets einen Winkel miteinander und haben oft entgegengesetzten Drehungssinn (REIMERS<sup>1</sup>). Elemente der Streifen sind die Fibrillen, die der Länge nach aus einzelnen Abschnitten, den Dermatosomen, zusammengesetzt sind. Nach LÜDTKE sind die einzelnen Elemente der Faser, also die Dermatosomen, Fibrillen, Streifen und Schichten durch ein aus einer Fremdschicht bestehendes Hautsystem getrennt, zu dem auch die Primär- und die Tertiärlamelle gehören, ferner Querelemente, die

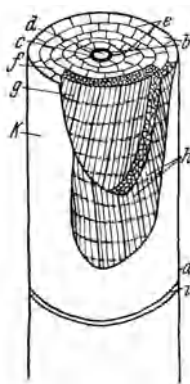


Abb. 1. Bauschema einer Pflanzenfaser nach LÜDTKE. *a* Primärlamelle; *b* Schichten der Sekundärlamelle; *c* Tertiärlamelle; *d* Lumen; *e* Schichthäute; *f* Streifen, umgeben von Streifenhäuten; *g* Fibrillen, umgeben von Fibrillenhäuten; *h* Dermatosomen oder Fibrillenabschnitte; *i* Querelement; *k* Faserabschnitt.

die Faser der Länge nach in Abschnitte trennen und mit der Primär- und Tertiärlamelle verwachsen sind. Das Vorhandensein eines Hautsystems wird u. a. auch von HESS<sup>2</sup> angenommen, während es von anderer Seite teilweise oder gänzlich abgelehnt wird.

Auch in bezug auf die stoffliche Zusammensetzung der Zellwand verholzter Fasern weichen die Ansichten der verschiedenen Forscher voneinander ab. Während nach LÜDTKE<sup>3</sup> Lignin ausschließlich der Mittellamelle zukommt, ist es nach FREUDENBERG und Mitarbeitern<sup>4</sup> auch in der Primär- und Sekundärschicht, die zusammen der Sekundärlamelle nach LÜDTKE entsprechen, neben Cellulose und Hemicellulosen vorhanden.

Es kann als erwiesen gelten, daß die Cellulose der Zellmembran eine kristallinische Struktur besitzt. Darüber hinaus ist jedoch die Kenntnis über den submikroskopischen Feinbau der Zellwand auch in grundsätzlicher Hinsicht noch nicht sicher gestellt<sup>5</sup>. Schon vor langer Zeit wurde von NÄGELI<sup>6</sup> auf Grund des von ihm beobachteten anisotropen Verhaltens der Zellwand die Existenz submikroskopischer Aufbauteile kristallinischer Natur angenommen, die er Micellen nannte. Spätere Beobachtungen über die Doppelbrechung und röntgenographische Untersuchungen bestätigten diese Hypothese. Nach den Vorstellungen von NÄGELI sind die Micellen als voneinander isolierte Elemente zu betrachten. Das Aufbauschema von SEIFRIZ<sup>7</sup>, abgeleitet aus den Meßergebnissen von HENGSTENBERG und MARK<sup>8</sup> sieht ebenfalls als Bauelemente voneinander isolierte Micellen vor. Auf Grund von Untersuchungen über die Länge des Cellulosemoleküls, insbesondere der Arbeiten von STAUDINGER<sup>9</sup>, die zur Annahme eines Systems von

<sup>1</sup> REIMERS, H.: Mitt. dtsch. Forsch.-Inst. Textilstoffe, Karlsruhe 1911. — LÜDTKE: Text.-Ber. 1929 S. 445.

<sup>2</sup> HESS, K.: Papierfabrikant **31** (1933) S. 691; **32** (1934) S. 61.

<sup>3</sup> LÜDTKE, M.: Cellulose-Chem. **14** (1933) S. 1.

<sup>4</sup> FREUDENBERG, K. u. Mitarb.: Cellulose-Chem. **12** (1931) S. 263.

<sup>5</sup> Eine Zusammenfassung über den Stand der neueren Erkenntnisse über den micellaren Aufbau der Cellulose mit ausführlichen Angaben des Schrifttums ist von O. KRATKY veröffentlicht worden. Angew. Chem. **53** (1940) S. 153. — Vgl. auch STAUDINGER: „Über den micellaren, makromolekularen und übermolekularen Bau der Cellulose“ in Cellulose-Chem. **20** (1942) N. 1.

<sup>6</sup> NÄGELI, C. v.: Die Micellartheorie. Ostwalds Klassiker Nr. 227. Leipzig 1928.

<sup>7</sup> SEIFRIZ, W.: Amer. Naturalist Bd. 63 (1929) S. 410.

<sup>8</sup> HENGSTENBERG u. MARK: Z. Kristallogr. **69** (1928) S. 271.

<sup>9</sup> STAUDINGER, H.: Die hochpolymeren organischen Verbindungen. Berlin 1932, sowie: Organische Kolloidchemie. Braunschweig 1941; siehe auch Fußnote 7.

langgestreckten Kapillaren innerhalb der Cellulosesubstanz führten, kommen jedoch FREY-WYSSLING<sup>1</sup> und in ähnlicher Weise auch andere Forscher zu dem Schluß, daß die kristallisierte Cellulosesubstanz als zusammenhängendes Micellarsystem vorliegt, das von einem ebenfalls zusammenhängenden System von kapillaren Hohlräumen durchzogen ist.

2. In der Regel durch Zellteilung, in selteneren Fällen durch Fusion, entstehen Komplexe oder *Gewebe* von Zellen gleicher Art. Diese treten wiederum zu größeren Gruppen zusammen, denen die verschiedenen Aufgaben im Leben der Pflanze zufallen. An einem Querschnitt durch einen Pflanzenstengel lassen sich sofort drei Gewebesorten erkennen: *Hautgewebe*, *Grundgewebe* und *Gefäßbündel*; letztere werden auch als Strang- oder Leitgewebe bezeichnet. Für das Grundgewebe ist die *Parenchymzelle* bezeichnend, von Gestalt meist rundlich, eiförmig, aber auch gestreckt und undeutlich viereckig. Die Membran ist zart und dünnwandig und besitzt einfache runde oder elliptische Tüpfel, d. h. besonders dünnwandige Stellen der Membran zur Erleichterung des Stoffaustausches von Zelle zu Zelle. Parenchymzellen sind als Nebenbestandteile im Papierstoff keine Seltenheit; sind sie in größerer Menge vorhanden, so wirken sie störend, da sie dem Papier leicht ein nicht erwünschtes transparentes Aussehen geben und die Festigkeit herabsetzen.

Vom Grundgewebe hebt sich das *Hautgewebe* durch dickere Wände, sowie meist kleineres Lumen ab. Die *Epidermis* oder Oberhaut schließt als

schützende Hülle den Pflanzenkörper nach außen ab, vermittelt aber zugleich durch sog. Spaltöffnungen den Gasaustausch mit der Außenwelt. Bezeichnend für die Epidermiszellen sind die wellig oder zackig geformten Wände, die durch Oberflächenvergrößerung und Verzahnung die Festigkeit des seitlichen Verbandes erhöhen, ferner die meist in Gestalt zweier abgerundeter Schließzellen mit linsenförmigem Spalt erkennbaren Spaltöffnungsapparate. — Durch Wachstum einzelner Epidermiszellen entstehen mitunter *Haare* als Anhangsgebilde (Samenhaare der Baumwollstaude, die „Zähnen“ des Espartograsses und Haare anderer Gramineen). Auf ihrer Außenseite ist die Epidermis von einem zarten Kutinhäutchen, der *Kutikula*, überzogen.

Mit Ausnahme der Baumwollfaser stammen alle Papierfasern von den Gefäßbündeln her. Für diese sind zwei Gewebegruppen kennzeichnend. Die eine dient dem Transport von Eiweißstoffen und Kohlehydraten und wird nach ihren Hauptgliedern auch Siebröhrenpartie, kurz *Sieberteil* oder *Phloem* genannt. Der Leitung des Wassers hingegen dient der *Gefäßteil* oder das *Xylem*. Wesentliche Elemente des Xylems sind die *Tracheen* (*Gefäße*) und *Tracheiden*. Die Gefäße sind teils weite, teils enge Röhren, die aus vielen übereinanderstehenden Zellen durch Resorption ihrer Querwände entstanden sind; sie haben oft leiter-, treppen- oder netzförmige Verdickungen. Die Tracheiden sind an beiden Enden geschlossen und stets mit Tüpfeln versehen. Diagnostisch wichtig ist, daß die Nadelhölzer keine echten Tracheen (Gefäße) besitzen, bei ihnen haben die Tracheiden außer der Festigkeitsfunktion noch den Wassertransport zu übernehmen. — Sehr charakteristisch für die Tracheiden der Nadelhölzer sind die sog.

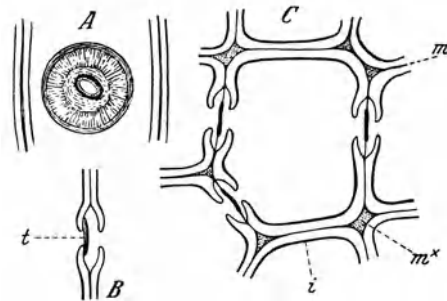


Abb. 2 A bis C. Tracheiden aus dem Holz der Kiefer (*Pinus silvestris*). A Radialer Längsschnitt mit Hof-tüpfel in Flächenansicht; B tangentialer Längsschnitt mit Hof-tüpfel im Querschnitt, t Torus; C Querschnitt durch eine Tracheide, m Mittellamelle; m' ein Zwickel in dieser; z Grenzhäutchen. (Vergr. 540fach.) (Nach STRASBURGER.)

<sup>1</sup> FREY-WYSSLING, A.: Kolloid-Z. 85 (1938) S. 148.

*Hoftüpfel*, d. h. Tüpfel, deren Kanal sich nach der Schließhaut hin trichterartig erweitert (Abb. 2 C). In der Flächenansicht sind die Hoftüpfel kreisförmig, in ihrer Mitte sieht man einen zweiten kleineren Kreis (Abb. 2 A). Der kleine Kreis ist die Mündungsstelle des Tüpfelkanals in den Zellraum, der große äußere Kreis seine weiteste Stelle. Die Schließhaut ist in der Mitte oft zum sog. *Torus* verdickt (Abb. 2 C), vermag sich vorzuwölben und mit dem Torus die Ausgänge der Tüpfel zu verschließen. — Zu den genannten, für den Stofftransport bestimmten Zellen des Gefäßbündels treten noch „mechanische“, der Festigung der Pflanze dienende, dickwandige, prosenchymatisch zugespitzte Zellen, das sog. *Sklerenchym*<sup>1</sup>.

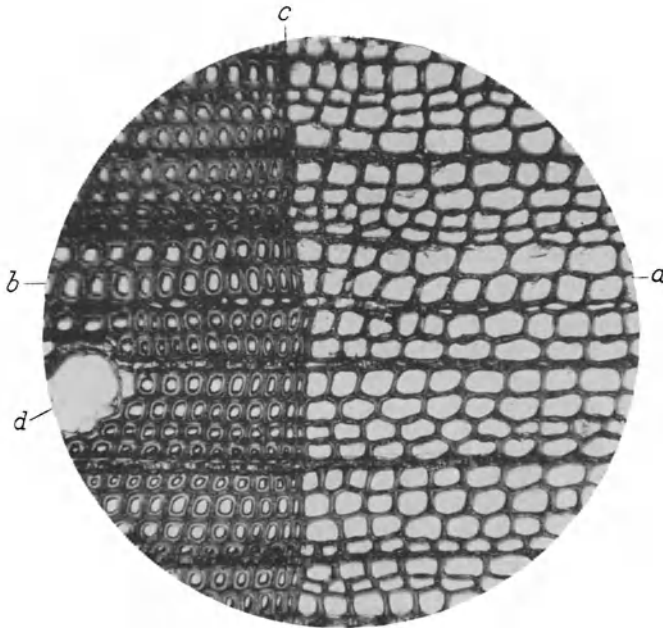


Abb. 3. Querschnitt von Kiefernholz. (Vergr. 150fach.) a Frühholz; b Spätholz; c Jahresring; d Harzgang.

Die Sklerenchympartien des Gefäßbündels können zu einem den Sieb- und Gefäßteil umschließenden Komplex verschmelzen oder mehr oder minder deutlich getrennt dem Phloem oder Xylem anliegen. Besonders im letzteren Falle bezeichnet man die Siebröhren mit dem zugehörigen Sklerenchym als *Bast* oder *Bastteil* des Gefäßbündels, die andere Hälfte des Bündels als *Holz* oder *Holzteil*. Die mechanischen Elemente des Phloems sind die eigentlichen „*Bastzellen*“, wie sie uns z. B. als Leinen-, Hanf- und Jutefasern entgegentreten. Doch werden auch die me-

chanischen Zellen des Xylems häufig mit dem Namen Bastfasern belegt (gebräuchliche Bezeichnung für Fasern von Stroh und anderen Gramineen).

Die Anordnung der Gefäßbündel im Stamm ist verschieden, bei den Monokotylen<sup>2</sup> sind sie über den ganzen Querschnitt zerstreut in das Grundgewebe eingebettet. Bei Dikotylen und Gymnospermen sind sie im jugendlichen Zustand auf einem Kreise so angeordnet, daß die Bastteile nach außen, die Holzteile nach innen stehen; später verschmelzen diese Teile seitlich so miteinander, daß ein die Hauptmasse des Stammes bildender Holzkörper von einem Bastring umgeben wird. Bei den Monokotylen gehen die Bestandteile der Gefäßbündel

<sup>1</sup> Unter *Sklereiden* oder *Steinzellen* werden unter stärkster Reduktion des Lumens verdickte Zellen von unregelmäßig abgerundeter oder nur wenig gestreckter Form verstanden.

<sup>2</sup> Nach dem natürlichen System werden die Pflanzen in zwei Hauptgruppen, *Kryptogamen* (Sporenpflanzen) und *Phanerogamen* (Blütenpflanzen) eingeteilt. Abgesehen von den an der Torfbildung beteiligten Moosen werden sämtliche Papierfasern von Phanerogamen geliefert, die sich ihrerseits in *Gymnospermen* (Nacktsamige) und *Angiospermen* (Bedecktsamige) gliedern. Eine Gruppe der Gymnospermen bilden die *Koniferen* (Nadelhölzer). Die Angiospermen haben als Unterabteilungen die *Monokotyledonen* (Einsamellappige), zu denen die Gramineen, und die *Dikotyledonen* (Zweisamellappige), zu denen die Laubbölzer sowie Baumwolle, Leinen, Hanf u. a. m. gehören.

in ein Dauergewebe über, d. h. sie nehmen an dem weiteren Dickenwachstum des Stammes durch Neubildung von Zellen nicht mehr teil. Bei den Dikotylen und Gymnospermen folgt aber auf das primäre Dickenwachstum durch Zellvergrößerung noch ein sekundäres durch Zellvermehrung. Bei den Laub- und Nadelhölzern z. B. bleibt zwischen Xylem und Phloem ein Meristem (Teilungsgewebe) erhalten, das *Kambium*, aus dem sich nach innen neue Holz-, nach außen neue Bastzellen abscheiden.

Mit Rücksicht auf den großen Wasserbedarf des Vegetationsanfanges ist das im Frühjahr gebildete Holz weitlumig und dünnwandig, während die im Sommer und Herbst folgenden Zellen immer mehr an Wandstärke zu- und an Lumen abnehmen. Infolgedessen zeigt der Querschnitt eines Holzes einen allmählichen Übergang vom weniger dichten und daher heller erscheinenden *Frühholz* zum dichteren, dunkleren *Spätholz*. Die Abgrenzung vom Spät- zum Frühholz ist eine sehr scharfe. Auf diese Weise entstehen die sog. *Jahresringe* (Abb. 3).

Erwähnt seien noch die *Markstrahlen*. Dies sind radial verlaufende Zellstränge aus dünnwandigen, mehr oder minder getüpfelten Parenchymzellen, die durch die Verbindung von *Rinde*<sup>1</sup> und *Mark* einen Stofftransport in horizontaler Richtung gewährleisten. Außerdem dienen sie auch der Nährstoffspeicherung.

## II. Unterscheidungsmerkmale der verschiedenen Faserarten.

### 1. Pflanzenfasern.

Die Gruppierung der pflanzlichen Faserarten kann nach verschiedenen Gesichtspunkten erfolgen. Eine Anordnung auf Grund anatomisch-morphologischer Merkmale führt zu der Scheidung zwischen Samenhaaren, Bastfasern und Holzfasern. Nach der chemischen Beschaffenheit der Zellwand unterscheidet man zwischen verholzten und unverholzten Fasern. In technischer Hinsicht ist die Trennung in *verholzte Fasern*, *Zellstoffe* und *Lumpenfasern* üblich<sup>2</sup>. Zu den Lumpenfasern gehören von Natur aus unverholzte Fasern, wie Baumwolle, Leinen, Hanf und Ramie; zu den Zellstoffen diejenigen, die ursprünglich verholzt waren, aber durch chemische Behandlung von den inkrustierenden Bestandteilen befreit wurden, z. B. die Zellstoffe von Holz, Stroh, Jute, Manila, Esparto und andere; unter holzhaltigen Fasern versteht man endlich die Stoffe, die im verholzten Zustand verarbeitet werden, wie Holzschliff, rohe Jute und gelber Strohstoff.

#### *Gruppe I: Verholzte Fasern.*

##### **Holzschliff** (Tafeln I und II).

Zur Herstellung von weißem und braunem Holzschliff werden vorzugsweise Nadelhölzer (*Picea excelsa* [Fichte], *Pinus silvestris* [Kiefer], *Abies pectinata* [Tanne] und auch wohl *Larix* [Lärche]) verwendet.

Der anatomische Bau aller zu den Nadelhölzern gehörenden Arten ist sehr gleichartig und deshalb die auf geringe Verschiedenheiten in dem Bau der Markstrahlzellen und auf das Vorkommen gewisser Poren bei den Holzzellen gestützte Unterscheidung oft recht schwierig. In der Papierprüfung ist vor allem die Unterscheidung von Tanne, Fichte und Kiefer von Interesse. Die Fasern von Tanne und Fichte zeigen an den Kreuzungsstellen mit den Markstrahlen kleine Poren — Tanne meist zwei, Fichte meist vier — die Fasern der Kiefer hingegen

<sup>1</sup> Die eigentliche Rinde besteht aus dem *Periderm* (Korkteil) und dem darunter befindlichen *Rindenparenchym* (primäre Rinde); die „technische Rinde“ hingegen enthält außerdem noch das Phloem (sekundäre Rinde). Unter *Borke* versteht man abgestorbene Rinden- und Peridermschichten.

<sup>2</sup> Bezüglich der verschiedenen Anfärbung dieser drei Gruppen bei Behandlung mit Jodlösungen wird auf die Zusammenstellung S. 37 verwiesen.



je eine große, fensterartige Pore (vgl. Abb. 8). Hinsichtlich der Unterscheidungsmerkmale anderer Koniferenarten muß auf WIESNERS „Technische Mikroskopie“ und ähnliche Werke verwiesen werden.



Abb. 4. Nadelholzschliff. Stark beschädigte Tracheide.

Die nachstehende Beschreibung bezieht sich zunächst auf den *weißen* Holzschliff (Tafel I), also auf ausschließlich durch mechanische Zerfaserung (Schleifen) des Holzes hergestellten Stoff. Wir haben es hierbei nur selten mit einzelnen Zellen des Rohmaterials zu tun, sondern meist mit Bruchstücken von Fasern



Abb. 5. Holzschliff (Fichte). Bruchstück einer Tracheide mit Hoftüpfel.

und Faserbündeln, die teilweise eine Größe erreichen, daß man sie schon mit bloßem Auge im Papier erkennt (Splitter). Daneben enthält der Stoff in Abhängigkeit von den Arbeitsbedingungen beim Schleifen in größerem oder geringerem Maße fibrillierte Faseranteile und kleine, zu Pulver zerriebene, mit „Mehlstoß“ bezeichnete Teilchen<sup>1</sup>.

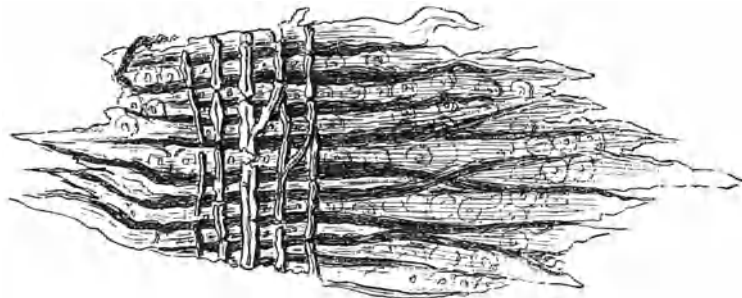


Abb. 6. Holzschliff (Fichte). Tracheidenverband mit kreuzenden Markstrahlzellen.

Diejenigen Zellen, die dem Beobachter sofort auffallen und die am zahlreichsten vertreten sind, sind die *Tracheiden*, die durch die Hoftüpfel sehr charakteristisch gekennzeichnet sind. Wenn auch ein großer Teil der Tracheiden beim Schleifen des Holzes stark beschädigt wird (Abb. 4), so kommen doch

<sup>1</sup> Mikroaufnahme von Schliffen verschiedenen Charakters siehe bei BRECHT und SÜTINGER [Wbl. Papierfabr. 74 (1943) S. 3—9].

auch noch so viele guterhaltene im Papier vor, daß man an ihnen die Tüpfel deutlich wahrnehmen kann (Abb. 5).

Neben diesen Zellen sind jedoch noch andere vorhanden, die sich ebenso vorzüglich zur Erkennung des Holzschliffes eignen, nämlich die *Markstrahlzellen*, welche durch ihr gitterförmiges Gefüge auffallen. Abb. 6 zeigt derartige Markstrahlzellen, wie sie über darunterliegenden Tracheiden fortlaufen.

Außer den Nadelhölzern werden auch Laubhölzer, wie Pappel, Birke, Buche<sup>1</sup> u. a. verschliffen. Zur Erkennung dieser Laubholzschliffe wird auf das S. 9 bis 12 bei Besprechung der Zellstoffe aus diesen Hölzern Gesagte verwiesen.

Der *braune* Holzschliff (Braunschliff, Tafel II), bei dessen Herstellung das Holz vor dem Schleifen gedämpft wird<sup>2</sup>, zeigt unter dem Mikroskop nicht mehr den starren Charakter des Weißschliffes, da die Zellen durch das Dämpfen in ihrem Zusammenhange schon sehr gelockert sind und daher beim Schleifen zum großen Teil Einzelfasern ergeben, die vereinzelt unter dem Mikroskop Zellstoffcharakter zeigen. Der Braunschliff bildet somit eine Zwischenstufe zwischen

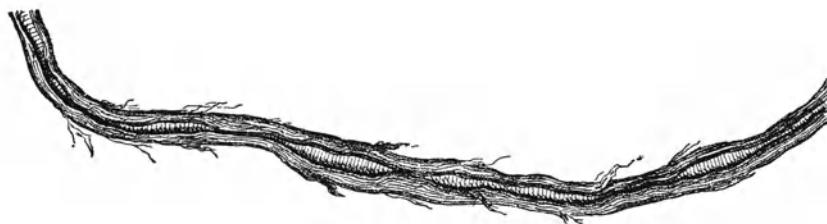


Abb. 7. Bastfaser von Jute.

dem Weißschliff und dem Zellstoff; er nähert sich im Aussehen teils dem ersteren, mehr aber noch dem letzteren. Die Färbung der Fasern in Jodlösungen ist nicht mehr so rein gelb wie beim weißen Holzschliff.

### Jute<sup>3</sup> (Tafel III).

Was man unter dem Namen Jute namentlich zur Herstellung von Roh- und Wollfilzpappe, mitunter auch von Packpapier u. dgl. verwendet, sind die Bastzellen mehrerer ostindischer Pflanzenarten (*Corchorus olitorius*, *C. capsularis*, *C. fuscus*, *C. decemangulatus* u. a.).

Die charakteristische Eigentümlichkeit der stark verholzten *Bastfasern* dieser Pflanzen, die etwa 0,8 bis 4 mm lang und 0,015 bis 0,02 mm dick sind, besteht darin, daß die Wand der Zellen an verschiedenen Stellen verschieden stark ist und oft schon im Bereich des mikroskopischen Bildes stark wechselt. Zuweilen ist die Wand sehr dünn, dann wird sie plötzlich mehr oder minder dicker und verdickt sich oft so sehr, daß die Höhlung der Zelle nur noch als dünne Linie erscheint oder auf kurze Strecken sogar vollständig verschwindet, um dann wieder dieselben Wandlungen von neuem durchzumachen (Abb. 7).

Man darf indessen nicht erwarten, daß jede Zelle diese Merkmale so auffallend zeigt, wie eben geschildert; an manchen sind sie schwer aufzufinden, und man muß sie erst unter dem Mikroskop verfolgen, um Verschiedenheiten in der Wandstärke zu entdecken.

Stellenweise zeigen die Fasern Poren und ganz ähnliche Verdickungen (Knoten), wie wir sie bei der später zu besprechenden Leinenfaser regelmäßig

<sup>1</sup> BENNINGER: Die Herstellung von Buchenschliff. Wbl. Papierfabr. **72** (1941) S. 118.

<sup>2</sup> Ein Spezial-Dämpfverfahren, das Lignocell-Verfahren, ist von POSANNER VON EHRENTHAL im Papierfabrikant **25** (1927) S. 601 beschrieben. Der Stoff steht in seinen Eigenschaften zwischen Braunschliff und Holzzellstoff.

<sup>3</sup> Vgl. auch Jutezellstoff S. 17.

antreffen; diese Knoten heben sich in Jod-Jodkaliumlösung durch ihre in mehr oder weniger gelbes Braun übergehende Färbung deutlich gegen die anderen Teile der Zelle ab.

Häufig kommt es vor, daß man die Jutefasern noch zu ganzen Bündeln vereinigt in dem mikroskopischen Bilde erblickt (Tafel III); zur Erkennung des anatomischen Baues sind solche Bündel wenig geeignet, weil meist eine Zelle die andere verdeckt.

### Gruppe II: Zellstoffe.

#### 1. Nadelholzzellstoff<sup>1</sup> (Tafel IV und V).

Für das Erkennen des Nadelholzzellstoffes unter dem Mikroskop gilt natürlich im allgemeinen das vorher beim Holzschliff Gesagte; man erkennt



Abb. 8. Tracheide von Kiefernholz.

ihn an den behöften Poren oder Tüpfeln der Tracheiden. Jedoch ist zu bemerken, daß das Gefüge der Zellen infolge des vorausgegangenen Kochprozesses weniger deutlich hervortritt als beim Holzschliff. Häufig ist man nicht imstande, die beiden konzentrischen Kreise der Poren genau wahrzunehmen; die



Abb. 9. Spiralförmige Drehung und Gitterstreifung einer Nadelholztracheide.

Tüpfel erscheinen dann auf den Zellwänden mehr wie kreisförmige oder elliptisch geformte helle Stellen. Die Markstrahlzellen treten hier gegenüber dem Holzschliff mehr zurück, weil sie nicht mehr in Gruppen, sondern nur noch einzeln vorkommen. Neben den behöften Poren zeigen die Fasern der Kiefer, wie bereits auf S. 6 erwähnt, teilweise große einfache Poren (Abb. 8), die im Gegensatz zu den ersteren durch den Kochprozeß klarer sichtbar werden.

Bei nicht völlig aufgeschlossenem Zellstoff färben sich die Fasern mit Chlorzinkjodlösung teilweise schwach gelblich an. Es kann bei einem solchen Material, wenn man es makroskopisch mit Phloroglucin behandelt (vgl. S. 52), vorkommen, daß man infolge der auftretenden Rotfärbung glaubt, es mit Holzschliff zu tun zu haben.

Auf eine Eigentümlichkeit sei noch besonders hingewiesen; es treten bei manchen Holzstofffasern Erscheinungen auf, wie sie der Baumwolle eigen sind, nämlich *spiralförmige Windungen* der Zelle und durch Spaltenbildung in der Zellwand verursachte *gitterförmige Streifung* der Zellwände (Abb. 9). Verwechslung mit Baumwolle ist indessen bei einiger Übung ausgeschlossen.

<sup>1</sup> Siehe auch A. HERZOG: Mikroskopische Prüfung des Holzstoffes. Kunstseide **13** (1931) Heft 6 bis 9.

Die Länge der Fasern des Nadelholz Zellstoffes beträgt nach HÄGGLUND<sup>1</sup> bei Fichte etwa 2,6 bis 3,8 mm, bei Kiefer 2,6 bis 4,4 mm; die Breite 0,025 bis 0,069 mm bzw. 0,030 bis 0,075 mm.

## 2. Laubholz Zellstoffe.

Die Fasern der Laubhölzer, von denen vorzugsweise Pappelarten und Buche, seltener auch Birke, echte Kastanie und Eukalyptus zu Zellstoff verarbeitet



Abb. 10. Holzzelle von Birke mit mandelförmigen, schräggestellten Poren.

werden, bieten nicht so charakteristische und leicht auffindbare Merkmale dar wie die der Nadelhölzer.

Die Faserlänge ist geringer als bei den Nadelhölzern; sie beträgt nach HÄGGLUND<sup>1</sup> und SCHWALBE<sup>2</sup> bei Espe, Birke, Pappel und Buche 0,7 bis 1,7 mm, die Breite 0,014 bis 0,046 mm.

Bemerkenswert sind bei den Laubhölzern die zahlreichen röhrenartigen *Gefäße*, die einen größeren Porenreichtum aufweisen und für die Unterscheidung der einzelnen Holzarten einen Anhalt geben.

**Birkenzellstoff.** (Tafel VI). Die *Holzzellen* der Birke<sup>3</sup> sind oft sehr dünnwandig; die dickwandigen sind den Bastzellen des Strohes nicht unähnlich. Die dünnwandigen Zellen tragen vielfach einfache mandelförmige Poren, deren Längsachsen teilweise parallel,

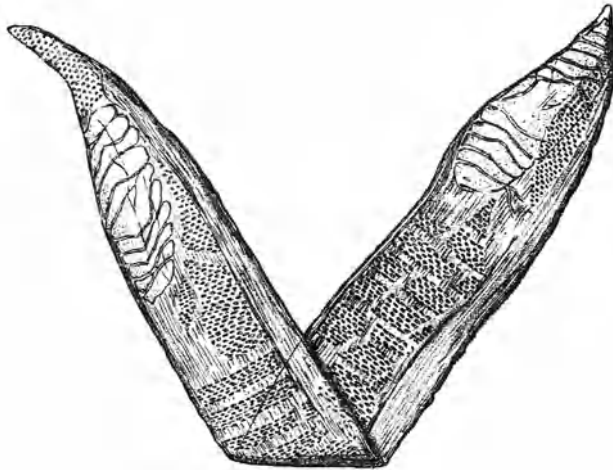


Abb. 11. Gefäß von Birke.

teilweise schief zur Zellrichtung verlaufen (Abb. 10); zuweilen nehmen die Poren auch eine mehr oder weniger rundliche Gestalt an. Die Enden der Zellen sind sehr mannigfaltig, teilweise sehr spitz, teilweise abgestumpft bis rund.

Die *Gefäße*, die oft noch vollständig und sehr schön erhalten im Papier vorkommen, sind mit einer großen Anzahl einfacher schlitzförmiger Poren versehen,

<sup>1</sup> HÄGGLUND, E.: Holzchemie, S. 20. Leipzig 1939. — Die Faserlänge der amerikanischen Nadelhölzer „Withe Spruce“ und „Hemlock“ wird von HÄGGLUND mit 2,3 bis 4,2 bzw. 2,8 bis 5,0 mm angegeben.

<sup>2</sup> SCHWALBE, C. G.: Die Chemie der Hölzer, S. 10. Berlin 1938.

<sup>3</sup> *Betula verrucosa*.

die senkrecht zur Längsachse des Gefäßes gestellt sind. Diese Poren sind zuweilen über das Gefäß gleichmäßig verteilt (Abb. 11). An den Enden der Gefäße sieht man deutlich gitterförmig durchbrochene Querwände. Der Gefäßreichtum ist bei der Birke sehr groß.

**Pappelholzzellstoff** (Tafel VII). Zur Herstellung wird vorzugsweise das Holz der Zitterpappel (*Populus tremula*) und der Weißpappel (*Populus alba*) verwendet. Unter den Laubhölzern liefern neben Buche diese beiden Hölzer den zur Bereitung von Papier geeignetsten Zellstoff.

Über die *Holzzellen* der Pappel läßt sich kaum etwas anderes sagen als über die der Birke; sie sind einander zum Verwechseln ähnlich; die breiteren weisen hier nicht so viele und in der Regel kleinere Poren auf als die der Birke. Schmale Zellen mit knotenförmigen Verdickungen kommen ziemlich häufig vor.

An *Gefäßen* ist die Pappel ärmer als die Birke. Die Poren sind größer als bei dieser und von einem fünf- bis sechseckig rundlichen Hof umgeben (Abb. 12 a); auch große einfache Poren sind in den Gefäßwänden vorhanden (Abb. 12 b). Charakteristisch für die Gefäße sind die schwanzartigen Enden, die oft eine beträchtliche Länge erreichen (Abb. 12 b). Die gitterförmig durchbrochenen Querwände, die bei der Birke so charakteristisch hervortreten, fehlen hier.

**Buchenholzzellstoff** (Tafel VIII, Abb. 13). Die Fasermasse des aus der Buche (*Fagus silvatica*) gewonnenen Zellstoffes besteht aus dickwandigen *Holzfasern* mit spärlichen, schief verlaufenden, langen Spaltentüpfeln und aus ebenfalls dickwandigen, mit mehr oder minder deutlich sichtbaren Hoftüpfeln versehenen Fasertracheiden. Die *Gefäße* erscheinen in zweifacher Ausbildung: weite, einfach durchbrochene Gefäße des Frühholzes und schmale, aus dem Spätholz stammende, mit leiterförmiger Perforation der Enden. Sie sind nur da reichlich getüpfelt, wo sie in der lebenden Pflanze mit anderen Gefäßen oder mit Markstrahlen zusammenstoßen. *Parenchymzellen* sind reichlich vorhanden.

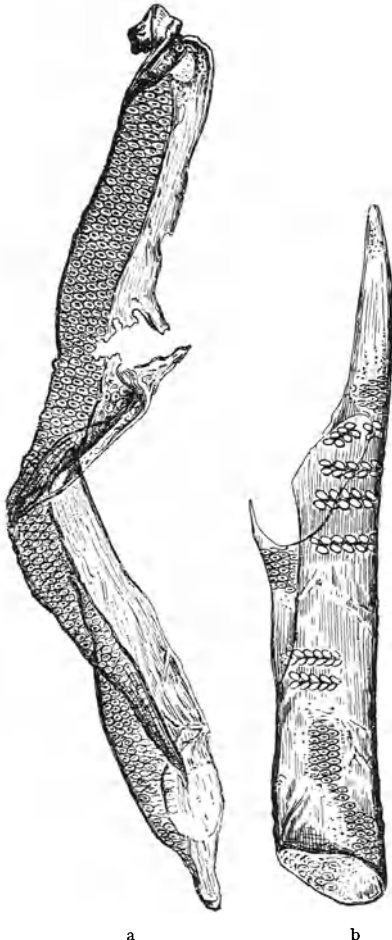


Abb. 12 a und b. Gefäße von Pappelholz (*Populus alba*).

**Kastanienzellstoff** (Abb. 14). Die echte Kastanie (*Castanea vesca*) gehört zur Familie der Buchengewächse (Fagaceen). Entsprechend dieser Verwandtschaft erinnert auch das mikroskopische Übersichtsbild des aus Kastanie gewonnenen Zellstoffes an das der Buche. Im Gegensatz zur Buche besitzt jedoch die Kastanie nur eine Sorte von *Gefäßen*: oft sehr breite, stets mit offenen Durchbrechungen versehene Tracheen mit drei Arten von Tüpfeln. Die großen Gefäße besitzen große einfache und große behöftete Tüpfel; letztere bilden die Mehrzahl und stehen in lockeren Reihen; außerdem kommen noch spaltenförmige Tüpfel vor, an denen kein Hof sichtbar ist. Neben großen

Gefäßen der beschriebenen Art sind nach HANAUSEK<sup>1</sup> für die Erkennung des Kastanienholz Zellstoffes noch die eigentümlich gekerbten, gegabelten und verschmälerten Enden der Fasern, die Verschiedenheit der Tüpfelung und die langen Zellen von Strangparenchym maßgebend (Abb. 14).

**Eukalyptuszellstoff** (Tafel IX). Die zahlreichen Arten der Gattung Eukalyptus sind in Australien und Tasmanien beheimatet. Die Eukalyptuskultur ist besonders in den Mittelmeerländern und in

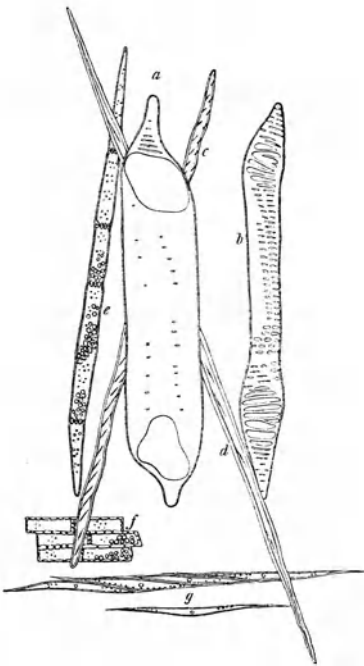


Abb. 13. Formelemente des Holzes der Rotbuche, *Fagus silvatica* L., durch Mazeration isoliert. *a*, *b*, Gefäßglieder; *a* mit einfacher, *b* mit leiterförmiger Durchbrechung; *c* Tracheide mit den schief spaltenförmigen Poren der (infolge der Mazeration undeutlichen) Hoftüpfel; *d* Sklerenchymfaser („Libri-form“); *e* Reihe kurzer Parenchymzellen (Holzparenchym); in den einzelnen Zellen Stärkekörner; *f* Markstrahlzellen; *g* desgleichen aus dem Innern eines breiten Markstrahles. (Vergr. 100fach.) (Nach R. HARTIG.)

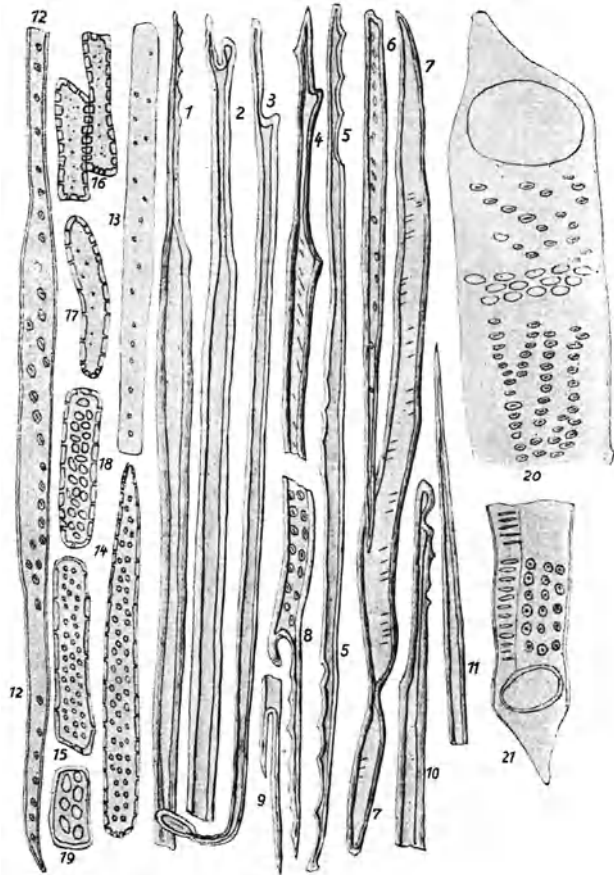


Abb. 14. Elemente aus dem Zellstoff des Kastanienholzes. 1, 2 Stücke von dickwandigen, nicht getüpfelten Fasern; 3 kurze dickwandige Faser, das eine Ende gegabelt, das andere löffelartig; 4 Faserende mit Spaltentüpfel; 5 kurze dickwandige Faser mit Kerbzähnen an den Enden und in der Mitte; 6 kurze Faser mit Hoftüpfeln; 7 dickwandige breite Faser mit Spaltentüpfeln; 8 dickwandige Faser (Endstück) mit gehöften Tüpfeln; 9 bis 11 Faserendstücke; 12 Fasertracheide; 13 bis 15 Zellen aus dem Strangparenchym; 16 bis 19 Markstrahlzellen; 20 weites; 21 schmales Gefäß. (Nach HANAUSEK.)

Südamerika verbreitet. Eukalyptus zeichnet sich durch ein rasches Wachstum aus, trotzdem das Holz hart und von dichtem Gefüge ist.

Da die Faser, wie diejenigen der übrigen Laubbölzer, nur kurz ist (bei *Eucalyptus saligna* wurden 0,42 bis 1,41 mm Länge und 0,016 mm Breite gemessen), soll sich Eukalyptusholz nicht zum Schleifen eignen und nicht für Papiere, von denen größere Festigkeit verlangt wird, wohl aber als Ersatz für Stroh- und Espartozellstoff.

Neben den das mikroskopische Bild beherrschenden Fasertracheiden treten besonders die zahlreichen, meist recht breiten Gefäße hervor. Die Enden

<sup>1</sup> HANAUSEK: Zur Mikroskopie einiger Papierstoffe. Papierfabrikant **10** (1912) S. 773.

dieser Gefäße sind einfach durchbrochen, nicht vollkommen rund, sondern meist viereckig gestaltet und selten in einen kurzen Schwanz ausgezogen. Die Wand der Gefäße bedecken stellenweise in breiten Bändern angeordnete, große einfache Poren und zahlreiche kleine Hoftüpfel.

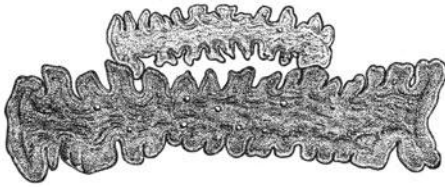


Abb. 15. Oberhautzellen von Stroh.

in Braunkohlelagerstätten vorfindet. Da Lignite teilweise bis zu 40% Cellulose enthalten, hat es nicht an Versuchen gefehlt, sie der Zellstoffgewinnung nutzbar zu machen, ohne daß es jedoch bisher gelungen ist, die noch bestehenden Schwierigkeiten technischer und wirtschaftlicher Art zu überwinden. Da die fast ausschließlich von Nadelhölzern herrührenden Lignite in weitgehendem Maße ihre ursprüngliche Faserstruktur noch besitzen, zeigen die aufgeschlossenen Lignitfasern ebenfalls die für die Holzfasern charakteristischen Merkmale.

Andere Laubhölzer wie **Linde, Erle, Ahorn** usw. dürften wohl auch gelegentlich zu Zellstoff verarbeitet werden, ein weiteres Eingehen hierauf erscheint indessen nicht am Platze.

**3. Zellstoff aus Ligniten<sup>1</sup>.** Mit Lignit oder „Xylit“ wird unvollständig inkohltes Holz bezeichnet, das sich als Einlagerung

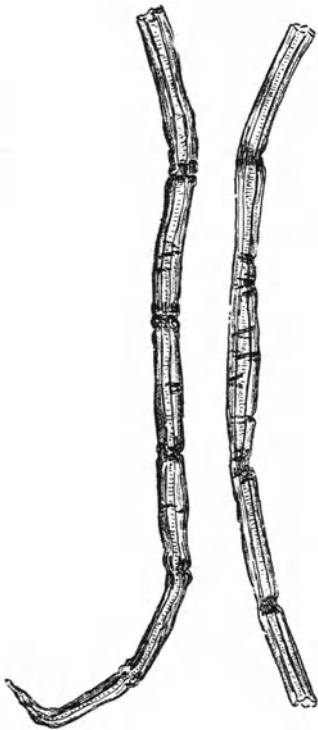


Abb. 16. Bastzellen von Stroh.

#### 4. Zellstoffe aus Gramineen.

**Strohzellstoff (Tafel X).** Zur Herstellung von Strohzellstoff wird das Stroh aller Getreidearten verarbeitet, hauptsächlich Roggenstroh.

Nach WIESNER<sup>2</sup> sollen geringe anatomische Unterschiede im Bau der unten beschriebenen Epidermiszellen eine Unterscheidung der verschiedenen Stroharten ermöglichen; spätere Untersuchungen von MANDL haben dies jedoch nicht bestätigt.

Aus einem mikroskopischen Bilde von Strohfaserfäden heben sich sofort die sehr charakteristisch geformten *Oberhautzellen*, dickwandige, mehr oder weniger verkieselte Zellen, deren Ränder wellenförmig gebogen sind, deutlich ab (Abb. 15 und Tafel X). Mit diesen wellenförmigen Ausrandungen schließen die Zellen dicht aneinander; im Strohstoff findet man noch kleine Kolonien solcher innig miteinander verbundenen Zellen; im Strohzellstoff und aus diesem hergestellten Papier sind Kolonien selten. Diese Oberhautzellen kommen in den mannigfachsten Größen vor; das Verhältnis von Länge zu Breite wechselt von  $\frac{1}{1}$  bis auf mehr als  $\frac{10}{1}$ . Auch die Ausrandungen haben verschiedene Gestalt; bald hat man tiefe Einbuchtungen, bald nur schwache Wellenlinien. Wenn nun auch diese Oberhautzellen ein

leichtes Erkennen des Strohzellstoffes ermöglichen, so bilden sie doch nur einen geringen Teil aller aus dem Stroh stammenden Zellen; unter diesen

<sup>1</sup> Vgl. hierzu E. OFFERMANN u. G. RUTZ: Über den Feinbau der Holztracheiden nach Beobachtungen an dem Fasermaterial von fossilem Holz. *Papierfabrikant* **28** (1930) S. 780 bis 786. — R. BEYSLAG: Über Möglichkeiten der Gewinnung von Zellstoff aus Lignit. *Papierfabrikant* **36** (1938) S. 105—108. — H. STAUDINGER u. I. JURISCH: Über den Polymerisationsgrad der Cellulose in Ligniten. *Papierfabrikant* **37** (1939) S. 181—184. — K. REIFF: Cellulosegewinnung aus Lignit. *Zellwolle. Kunstseide. Seide* **48** (1943) S. 77. — A. W. SOHN: Über den Aufschluß von Hölzern, Einjahrespflanzen und Ligniten mit Natriumchlorit. *Zellwolle. Kunstseide, Seide* **48** (1943) S. 78.

<sup>2</sup> WIESNER, J. v.: *Die Rohstoffe des Pflanzenreiches*, 4. Aufl., S. 665. Leipzig 1927.

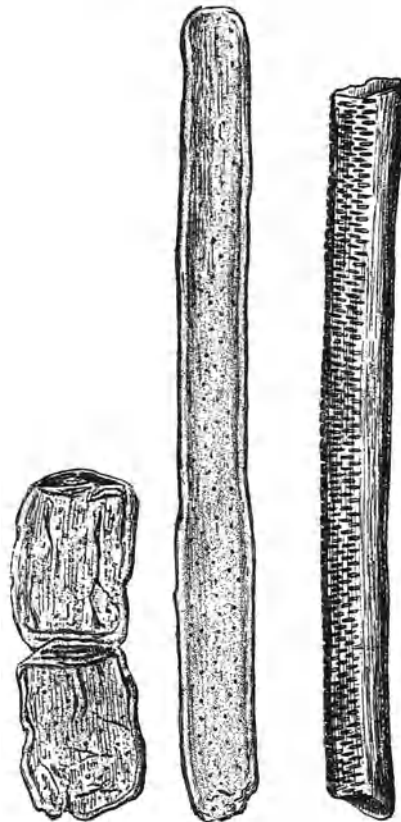
herrschen die *Bastzellen* bei weitem vor. Diese dünnen, langgestreckten Fasern, etwa 0,5 bis 2 mm lang und 0,01 bis 0,02 mm breit, welche von sehr regelmäßigem Bau sind, werden von einem nach dem Ende zu sich verjüngenden schmalen Hohlkanal durchzogen (Abb. 16). In ziemlich regelmäßigen Abständen zeigt die Wandung knotige Verdickungen. Diese Verstärkungen erstrecken sich oft auch nach dem Innern der Zelle, so daß der Kanal an diesen Stellen eng zusammengeschnürt erscheint. Die Bastzellen weisen zahlreiche Poren auf, die als dunkle Linien von der Höhlung aus nach außen zu verlaufen.

Neben diesen beiden Arten von Zellen, den Oberhaut- und Bastzellen, findet sich beim Stroh eine große Anzahl sehr dünnwandiger *Parenchymzellen* (Abb. 17 a und 17 b); diese sind an beiden Enden abgerundet; teilweise erscheinen sie fast kreisförmig, teilweise sehr langgestreckt, mehr oder weniger mit einfachen Poren versehen. Die Enden dieser Zellen sind, worauf JAYME und HARDERS-STEINHÄUSER<sup>1</sup> hinweisen, vielfach kappenförmig zusammengefaltet.

In untergeordnetem Maße treten *Gefäße* auf. Unverletzt trifft man zuweilen *Tüpfelgefäße* an, dünnwandige, röhrenförmige Zellen, deren Wände von sehr zahlreichen, rundlichen oder schlitzförmigen Poren durchsetzt sind (Abb. 18). *Spiralgefäße* in unversehrtem Zustande (Abb. 19a) sind sehr selten; meist sind die Spiralen durch die Bearbeitung auseinandergezogen und finden sich als wurmartige Gebilde vor. (Abb. 19b). Dasselbe gilt von den *Ringgefäßen*: die Ringe sind meist aus den Gefäßen herausgetreten und zeigen sich dem Beobachter als solche (Abb. 19c). Außer teilweise ziemlich schmalen Gefäßen sind noch besonders feine Zellen mit Ring- und Spiralverdickungen und lang ausgezogenen

Enden zu beobachten, die von JAYME und HARDERS-STEINHÄUSER<sup>1</sup> als Tracheiden und Leitelement zur Erkennung von Strohzellstoff angesprochen werden, wobei wohl Stroh im Sinne von Graminee gebraucht worden ist, da diese als „Fadenzellen“ bezeichneten Elemente auch in Esparto und anderen Gräsern zu finden sind. — Zu erwähnen sind schließlich noch die *Sklerenchymelemente*, sehr stark verdickte und verkieselte Zellen (Abb. 20 und 54).

**Alfa-(Esparto-)Zellstoff** (Tafel XI). Die zu den Gramineen gehörigen *Ligum spartum* und *Stipa tenacissima*, zwei in Spanien und Nordafrika in



a  
Abb. 17 a und b.  
Parenchymzellen von Stroh.

b  
Abb. 18.  
Tüpfelgefäß  
von Stroh.

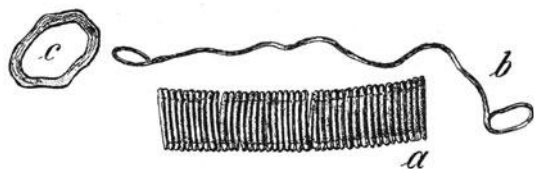


Abb. 19 a bis c. Gefäßformen von Stroh. a Spiralgefäß; b ausgezogene Spirale; c Teil eines Ringgefäßes.

<sup>1</sup> JAYME u. HARDERS-STEINHÄUSER: Papierfabrikant 39 (1941) S. 89.



großen Mengen vorkommende Pflanzen, liefern das Rohmaterial für den Alfa- oder Espartozellstoff, der dem Strohzellstoff sehr nahe steht, in Deutschland indessen nur in beschränktem Maße Verwendung findet. Der Bau der Zellen ist dem der Strohzellen sehr ähnlich, und es dürfte nicht immer möglich sein, zu entscheiden, ob z. B. eine im Papier vorhandene Oberhautzelle von Stroh oder Esparto herrührt.

Im allgemeinen ist der Bau der Alfazellen zierlicher, Länge und Breite der Zellen sind kleiner als beim Stroh; jedoch ist es nicht immer möglich, hierauf eine sichere Unterscheidung zu gründen.

Die *Bastzellen* sind kurz und häufig in ihrer ganzen Länge im mikroskopischen Gesichtsfelde zu beobachten. Sie sind etwa 0,25 bis 2 mm lang und 0,01 bis



Abb. 20. Sklerenchymzelle von Stroh.

0,015 mm breit, sehr regelmäßig gebaut und haben stark verdickte Zellwände, so daß der Hohlkanal oft nur als Linie erscheint. Unregelmäßigkeiten im Verlauf des Lumens, wie wir sie beim Stroh kennengelernt haben, sind im Alfa nicht zu bemerken<sup>1</sup>.

Von den *Oberhautzellen* läßt sich im wesentlichen nichts anderes sagen als von denen des Strohes; sie unterscheiden sich von diesen im Durchschnitt nur durch ihre geringere Größe und ihren zierlicheren Bau.

Die auf der Oberhaut der Alfapflanze sitzenden *Zähnnchen* (Abb. 21) geben ein recht gutes Unterscheidungsmerkmal gegenüber Stroh ab; sie finden sich in Alfapapieren in ziemlicher Menge und in mannigfachster Form vor, bald kurz und gedrunken, bald lang und spitz oder hakenförmig umgebogen; beim Stroh kommen derartige Gebilde im allgemeinen nicht vor.



Abb. 21. Oberhautzähnnchen von Esparto- (Alfa-)Stroh.

Die auch beim Alfastoff vorkommenden *Sklerenchymelemente* sind ähnlich wie beim Stroh.

Andererseits fehlen dem Alfastoff große dünnwandige Parenchymzellen, die beim Stroh ziemlich häufig sind, vollständig, und so liefern namentlich diese beiden Elemente, Zähnnchen und Parenchymzellen, ein Mittel, Stroh und Alfa zu unterscheiden.

Zu bemerken ist jedoch, daß man bei Papieren, die nur wenig Alfastoff enthalten, die mikroskopischen Präparate oft sehr gründlich durchmustern muß, ehe man Zähnnchen entdeckt; dasselbe kann auch bei mehr Alfastoff eintreten, wenn der gekochte Papierbrei beim Vorbereiten für das Mikroskopieren stark ausgewaschen wird; die Zähnnchen können dann zum Teil mit fortgeschwemmt werden.

Eine weitere Unterscheidungsmöglichkeit bietet die verschiedenartige Färbung der Bastfasern, wie sie S. 37 angegeben ist. Während die Bastfasern von Strohzellstoff sich mit Jod-Jodkalium sämtlich grau, mit Chlorzinkjod sämtlich blau bis blauviolett färben, zeigt mit Jod-Jodkalium ein Teil der Espartobastfasern graue, ein anderer Teil braune Färbung, mit Chlorzinkjod blaue bzw. weinrote.

**Reisstroh** (Tafel XII) wird in Ostasien, vor allem in Japan, zu Papier verarbeitet<sup>2</sup>. Man unterscheidet zwischen „Padistroh“, das bei der Ernte abgeschnitten wird und die Ähren trägt, und „Feldstroh“, das auf dem Felde zurückbleibt. Papier aus Padistroh soll weit fester sein, als solches aus Feldstroh. Die Länge der Reisstrohfaser schwankt nach HANAUSEK<sup>3</sup> zwischen 0,5 und 2,5 mm, die Breite zwischen 0,004 und 0,015 mm. Die große Feinheit der Bastzellen, das Vorkommen zarter Netzgefäße und die mit warzenförmigen Er-

<sup>1</sup> Nach HÖFER [Faserforsch. 15 (1940) Heft 1, S. 26] sind die langen Fasern (Höchstwert 3,16 mm) verhältnismäßig dünn und englumig, die kurzen (Mindestwert 0,14 mm) dick und weitlumig.

<sup>2</sup> Das sog. „Chinesische Reispapier“ hat mit Reisstroh nichts zu tun; es ist kein echter Faserfilz, sondern wird aus dem Mark von *Aralia papyrifera* geschnitten.

<sup>3</sup> HANAUSEK: Papierfabrikant 9 (1911) Festheft S. 31.

höhungen versehenen Epidermiszellen geben Anhaltspunkte für die Erkennung des Reisstrohzellstoffes.

**Maisstroh** (Tafel XIII) steht zur Zellstoffgewinnung in größeren Mengen vor allem in den Vereinigten Staaten, ferner auch in Ungarn zur Verfügung. Die Bastzellen, besonders die der Kolbenblätter, unterscheiden sich von den anderen Stroharten durch ihre Dicke, die nach WIESNER bis zu 0,082 mm steigt; die Dicke der Zellwand hingegen ist im Vergleich zum Lumen nur gering. Auch die Oberhautzellen bieten hinsichtlich Breite, Verdickungen und allgemein größerer Beschaffenheit charakteristische Unterscheidungsmerkmale gegenüber anderen Stroharten<sup>1</sup>.

**Pfahlrohr** (Tafel XIV). Während sich das gewöhnliche Schilf (*Phragmites communis*) für die Zellstoffgewinnung bisher nicht durchsetzen konnte, wird in neuerer Zeit das ihm nahe verwandte Pfahlrohr (*Arundo donax*), das in wärmeren Gegenden heimisch und besonders in Italien unter dem Namen „*Canna gentile*“ auch kultiviert wird, mit gutem Erfolg zur Herstellung von Zellstoff herangezogen<sup>2</sup>. Nach HERZBERG<sup>3</sup> ist die große Verschiedenheit der Pfahlrohr-Bastfasern hinsichtlich Länge und Breite besonders auffallend. WITTMACK fand Längen von 0,264 bis 4,480 mm und Breiten von 0,009 bis 0,025 mm.<sup>4</sup> Der größte Teil der Fasern ähnelt im anatomischen Bau denen des Strohes, ein anderer Teil ist durch ein breiteres Lumen, größere Dicke und stumpfe Enden gekennzeichnet. Die im Zellstoff reichlich vorhandenen, mit zahlreichen kleinen Poren durchsetzten *Parenchymzellen* sind im Gegensatz zu Strohparenchym meist starkwandig und haben vielfach die Form eines Rechteckes mit abgerundeten Ecken; an den Enden sind, besonders bei kleineren Zellen, quer zur Längsachse verlaufende Faltenbildungen zu beobachten. Die Wandung der zarten, teilweise sehr großen Gefäße zeigt eine große Menge schlitzartiger Poren, die jedoch zuweilen nur etwa die Hälfte der Zellwand bedecken. Die *Epidermiszellen* sind denen des Strohes ähnlich.

**Bambuszellstoff** (Tafel XV). Schon seit alter Zeit wird die Bambusfaser von den Chinesen zur Papierherstellung verwendet. Die Faserstoffgewinnung erfolgt in China auf sehr primitive Weise durch einen langwierigen Mazerationsprozeß mittels Kalkmilch. Seit einer Reihe von Jahren sind jedoch Bestrebungen im Gange, Bambus nach modernen Verfahren aufzuschließen und im großen Maßstab für die Papierfabrikation zu verwerten. Die Familie der Bambusgräser umfaßt viele Arten, von denen für China hauptsächlich zwei: *Bambusa arundinacea* und *Phyllostachys heteroclada*, für Indien aber neben *B. arundinacea* noch *B. polymorpha* und *pergracile* genannt werden<sup>5</sup>.

Mit der Mikroskopie der Bambusfaser haben sich WIESNER und HANAUSEK eingehend beschäftigt. WIESNER<sup>6</sup> unterscheidet zwei Arten von *Bastzellen*: zylindrische zugespitzte und breite bandförmige; die zylindrischen sind teils kurz (bis 1,6 mm), teils lang (bis 4,5 mm). HANAUSEK<sup>7</sup> führt noch eine dritte in

<sup>1</sup> Nach JAYME und HARDERS-STEINHÄUSER kommen Breiten bis 0,090 mm vor. Papierfabrikant **39** (1941) S. 90.

<sup>2</sup> MÜLLER, H.: Autarkie und Cellulose in Italien. Chemiker-Ztg. **65** (1941) S. 4.

<sup>3</sup> HERZBERG: Ein neuer Rohstoff für die Papierindustrie. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1895, S. 24.

<sup>4</sup> JAYME und HARDERS-STEINHÄUSER haben bei Untersuchungen von *Zellstoffen*, die aus Stengeln und Blättern von griechischem und deutschem Pfahlrohr hergestellt waren, Faserbreiten von 0,006 bis 0,030 mm und Faserlängen von 0,1 bis 5,1 mm festgestellt. Für italienisches Rohr werden von ONOFRY Breiten von 0,010 bis 0,025 mm und Längen von 0,400 bis 5,400 mm angegeben. Papierfabrikant **40** (1942) S. 89—93 u. 97—104.

<sup>5</sup> RAITT: *Indian Forest Rec.*, Bd. 3, T. 3, S. 15.

<sup>6</sup> WIESNER, J. VON: Die Rohstoffe des Pflanzenreiches, 4. Auflage, Bd. 1, S. 672. Leipzig 1927.

<sup>7</sup> HANAUSEK: Papierfabrikant **9** (1911) Festheft S. 31.

Papieren aus ostindischem Bambuszellstoff gefundene Art an, die infolge Vorhandenseins von Knoten, Verschiebungen und einer besonderen Hülle sowie ihrem sonstigen Aussehen nach kaum von Kodzu (siehe S. 20) zu unterscheiden ist. Als durchschnittliche Länge der Bastfasern gibt RAITT 2,20 bis 2,60 mm, für die Breite 0,018 bis 0,027 mm an<sup>1</sup>. Die *Gefäße* von Bambus sind auffallend breit und mit schmalen, quer zur Längsachse angeordneten Tüpfeln versehen. Oberhautzellen finden sich nur selten.

**Zuckerrohrzellstoff** (Tafel XVI). Unter den tropischen und subtropischen Pflanzen, die man als Rohstoffe für die Papierindustrie nutzbar zu machen sucht, spielt auch das Zuckerrohr (*Saccharum officinarum*) eine große Rolle<sup>2</sup>, nicht nur, weil es einen guten Faserstoff enthält, sondern auch, weil es in Form von Bagasse oder Megasse — den Rückständen aus der Zuckergewinnung — als ein Abfallprodukt zur Verfügung steht, das durch Verarbeitung zu Zellstoff einer weit wirtschaftlicheren Bestimmung zugeführt wird, als es seine Verwendung als Brennmaterial gestattet. Störend wirkt der große Reichtum des Zuckerrohrs an Parenchym, das sich wegen seiner Größe schwer auswaschen läßt.

HANAUSEK<sup>3</sup> fand wie bei Bambus, so auch im Zuckerrohr *Bastfasern* von verschiedener Gestalt: 1. stark verdickte, mit stumpfen Enden versehene Fasern von einer Länge bis zu 3 mm und einer Breite bis zu 0,025 mm; 2. kurze, sehr schmale und stark verdickte Zellen mit fein zugespitzten Enden, deren Breite nur 0,010 bis 0,015 mm beträgt, und 3. kurze, bis 0,030 mm breite und darüber, getüpfelte Fasern mit weit dünneren Wänden und breiterem Lumen. Neben *Tüpfelgefäßen* treten häufig *Ringgefäße* auf, außerdem sind, wie schon oben erwähnt wurde, große getüpfelte *Parenchymzellen* reichlich vorhanden sowie *Steinzellen* von rundlicher oder langgestreckter Form, während Oberhautzellen in Papier aus Zuckerrohr seltener anzutreffen sind.

**Papyruszellstoff** (Tafel XVII). Die Papyrusstaude (*Cyperus papyrus*), deren Mark das Rohmaterial für den Beschreibstoff des Altertums bildete, ist auch für die moderne Papiererzeugung benutzt worden. Der Zellstoff von Papyrus<sup>4</sup> besteht zum größten Teil aus feinen, zylindrisch geformten, dem Esparto ähnlichen *Bastfasern* von durchschnittlich 1,5 mm Länge und 0,011 bis 0,012 mm Breite. Nebenbestandteile von Parenchym und Epidermis sind sehr klein; die Gefäße gleichen teils denen des Strohes, teils sind sie sehr groß und breit. Charakteristisch für Papyrus sind *Parenchymzellen*, die mitunter in Form von dreistrahligen Sternen ausgebildet sind.

Außer den geschilderten werden im Ausland noch verschiedene andere Gramineen zur Papierfabrikation verwendet, wie z. B. in Indien das Sabaigras.

##### 5. Kartoffelkrautzellstoff.

Das Bestreben, Abfälle heimischer Kulturpflanzen als Rohstoff für die Zellstoffindustrie nutzbar zu machen, hat in den letzten Jahren insbesondere beim Kartoffelkraut zu Erfolgen geführt. Die Elemente dieses bereits im Großbetrieb hergestellten Zellstoffes sind in Tafel XVIII wiedergegeben. Sie bestehen aus *Holzzellen* mit breitem Lumen und im allgemeinen spitz zulaufenden, sehr häufig gabelförmig gebildeten Enden, ferner aus dünnwandigen meist großen Parenchymzellen und dickwandigen Gefäßen, unter denen besonders grob gestaltete *Spiralgefäße* nicht selten sind.

Bei Mischungen von Kartoffelkraut- und Strohzellstoff im Papier führen JAYME und HARDERS-STEINHÄUSER<sup>5</sup> noch folgende Unterscheidungsmerkmale

<sup>1</sup> SUTERMEISTER: Chem. Pulp an Paper Making, S. 43. New York 1920.

<sup>2</sup> Zuckerrohrabfälle werden auch zur Herstellung von Bauplatten (Celotex) verwendet.

<sup>3</sup> HANAUSEK: Papierfabrikant **9** (1911) Fests. S. 31.

<sup>4</sup> Papierfabrikant **8** (1910) S. 1042.

<sup>5</sup> JAYME u. HARDERS-STEINHÄUSER: Papierfabrikant **39** (1941) S. 89.

an: Die Parenchymzellen von Kartoffelkrautzellstoff haben keine Kapfenbildung (vgl. S. 13), sondern sind nur unregelmäßig gefaltet, andererseits besitzen die Gefäße von Strohzellstoffen keine schrägen Durchbrechungen, wie die vom Kartoffelkraut, sondern sind gerade abgeschnitten.

#### 6. Zellstoff aus Jute, Manila und Adansonía.

Die *Bastfasern* dieser drei Pflanzenarten sind zum Teil einander so ähnlich, daß sie, namentlich in Gemischen, nicht immer mit Sicherheit voneinander unterschieden werden können<sup>1</sup>. Ein Umstand, der das Bestimmen der Faserarten erschwert, ist die oft sehr verschiedenartige Färbung bei Behandlung mit mikrochemischen Reagenzien. Die Verschiedenartigkeit wird dadurch veranlaßt, daß die Fasern, welche im Rohzustande alle mehr oder weniger verholzt sind, selten vollständig und gleichmäßig aufgeschlossen sind. Man findet daher oft alle Übergänge von verholzten bis zu völlig aufgeschlossenen Fasern vor.

Dies erschwert die Unterscheidung, und daher erscheint bei Abgabe eines Urteils über die Stoffzusammensetzung eines Papiers, welches die genannten Fasern enthält, besondere Vorsicht am Platze.

**Jutezellstoff.** Für den anatomischen Bau der Jutefaser gilt im allgemeinen das S. 7 Gesagte. Hinzuzufügen ist nur, inwieweit das mikroskopische Bild sich durch den Aufschlußprozeß geändert hat.

In bezug auf die Färbung der Fasern in Jodlösungen wird auf S. 37 verwiesen.

Faserbündel sind bei aufgeschlossener Jute seltener; sie sind dann geschmeidiger als im Rohzustand und lösen sich an den Enden meist in Einzelfasern auf.

Die Einzelfaser ähnelt in ihrem Aussehen der Herbstholzfaser der Nadelhölzer und der Strohbastfaser, mit der sie auch in ihren Abmessungen sehr übereinstimmt. Nach den Enden zu verjüngt sich die Faser meist ganz allmählich; die Enden selbst sind gewöhnlich abgerundet. Außer den Zellen mit wechselndem Hohlkanal findet man, wenn auch seltener, solche mit gleichmäßig verlaufendem Kanal und gleichmäßiger Wandstärke; letztere ist oft so gering, daß die Zellwände zusammenklappen und die Faser dann ein baumwollähnliches Aussehen erhält.

In Jodlösungen zeigen die Fasern Querstreifen, die zum Teil von Poren-  
gängen herrühren.

**Manila** (Tafeln XIX und XX). Hierher gehören die Bastfasern verschiedener Musaceen, namentlich von *Musa textilis*, *M. sapientum*, *M. paradisiaca*. Ihre Länge schwankt von 3 bis 12 mm, die Breite von 0,006 bis 0,032 mm. Das über das Aussehen der Jutefaser im Papier Gesagte gilt zum größten Teil auch für die Manilafaser. Auch hier kommen Faserbündel vor, wenn auch nicht so zahlreich wie bei der Jute. Zuweilen fehlen die Bündel auch völlig. Man beobachtet auch hier zweierlei *Bastfasern*, dickwandige mit unregelmäßigem und dünnwandige, baumwollartige mit gleichmäßig verlaufendem Hohlkanal. Indessen ist der Wechsel weniger ausgeprägt als bei der Jute.

Schlitzförmige Poren durchsetzen die Wand der Bastzellen häufig in schräger Stellung. Die Manilafasern zeigen im Gegensatz zu den Jutefasern meist protoplasmatischen Inhalt, der sich in den Jodlösungen gelb bis gelbbraun färbt. Die Enden der Fasern zeigen häufig bleistiftartige Zuspitzungen; die Spitze ist teils scharf, teils abgestumpft. Die Querstreifung der Faser ist bei Manila noch ausgeprägter als bei Jute, die Streifen sind zahlreicher und kräftiger. Sehr charakteristisch für Manila sind dickwandige *Parenchymzellen* mit meist schrägen Wänden, die häufig die Form eines Rhombus besitzen und in einem Papier, das größere Mengen Manila enthält, selten fehlen.

<sup>1</sup> Vgl. DALÉN u. WISBAR: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt. Berlin-Dahlem 1902, S. 51.

Die übrigen Elemente, welche noch ab und zu in Manilapapieren vorkommen, sind verhältnismäßig selten und kommen für das Erkennen wenig in Betracht. Es gehören hierher *Spiralgefäße* sowie die von HÖHNEL erwähnten *Stegmata*, kleine, stark verkieselte, plattenförmige Gebilde, die man in der Asche des Manilahanfes selbst zahlreich vorfindet (Tafel XX). Bei der Verarbeitung dieses Rohstoffes gehen diese Elemente mehr oder weniger verloren.

Im Materialprüfungsamt sind verschiedene Papiere, die *ausschließlich* aus Manilafasern bestanden, verascht und die Aschen auf *Stegmata* untersucht worden, ohne daß es gelungen



Abb. 22. Bastfasern von *Adansonia digitata*.

wäre, solche aufzufinden. Bei anderen Manilapapieren waren sie in der Asche vorhanden, aber meist recht spärlich. Bei Papieren, die nicht ausschließlich, sondern nur zum Teil aus Manilahanf hergestellt sind, wird die Wahrscheinlichkeit, *Stegmata* aufzufinden, naturgemäß immer geringer, je kleiner der Zusatz an Manila ist.

In Zweifelsfällen möge man die Papierasche auf das Vorhandensein von *Stegmata* untersuchen, vergesse aber hierbei nicht, daß das Fehlen solcher kein Beweis für das Nichtvorhandensein von Manilafasern ist.

**Adansonia** (Tafel XXI). Die *Adansonia*faser stammt aus dem Bast des in Afrika heimischen Affenbrotbaumes (*Adansonia digitata*). Der Bast, der in etwa 80 cm langen, 8 bis 10 mm dicken und 40 bis 50 mm breiten Streifen eingeführt wird, ist von brauner Farbe und zeigt große Festigkeit.

Die Faser ist kräftig gebaut, walzenförmig und, wie schon erwähnt, der Manila- und Jutefaser teilweise sehr ähnlich. Charakteristisch ist die häufig vor-

kommende Erscheinung, daß die Fasern in der Breite Unregelmäßigkeiten (Erweiterungen ohne Änderung der Wandstärke) zeigen und sich nach dem Ende zu plötzlich verjüngen. Bei der Verarbeitung lösen sich die äußersten Gewebeschichten vielfach ab, und die sehr fein zerfaserten Strähnchen umgeben die Zellen an manchen Stellen wie mit einem Schleier (Abb. 22). Diese Erscheinung tritt zwar auch bei anderen Fasern auf, aber nicht in solchem Umfange wie bei Adansonia.



Abb. 23. Verkalkte Parenchymzellen von Adansonia digitata.

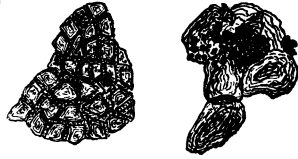


Abb. 24. Bruchstück eines netzartigen Gefäßes von Adansonia digitata.

Das Lumen verläuft sehr verschieden; es ist oft nur als dunkle Linie erkennbar, erweitert sich dann plötzlich und nimmt mehr als die Hälfte der Zellbreite ein. Die Enden sind meist abgerundet, seltener zugespitzt. Bündel von zusammenhängenden Fasern kommen kaum vor. Sehr häufig begegnet man Gruppen von stark verkalkten *parenchymatischen* Zellen (Abb. 23), sowie dünnwandigen Parenchymzellen und Bruchstücken von *netzartigen Gefäßen* (Abb. 24).

Hauptunterscheidungsmerkmale für Jute-, Manila- und Adansoniafasern.

Faserart	Färbung in		Hohlkanal	Enden	Poren	Nebenbestandteile	
	Jod-Jodkaliumlösung	Chlorzinkjodlösung					
Jute	verholzt	leuchtend gelbbraun oder braun	gelb oder grüngelb	in der Weite oft wechselnd	im allgemeinen abgerundet	parallel zur Achse gestellte Schlitze	keine
	entholzt	grau, bisweilen braun	blau, bisweilen rotviolett				
Manila	grau, braun, geblich	blau, rotviolett und gelb, sowie Zwischenfarben	bei den dickwandigen Fasern von wechselnder Breite, bei den dünnwandigen gleichmäßig	oft bleistiftartig zugespitzt	schräg oder parallel zur Achse gestellte Schlitze	Gruppen oder einzelne Parenchymzellen mit ziemlich dicken schrägen Wänden	
Adansonia	schmutzig grau und braun	blau bis rotviolett	die Weite ändert sich mit der Breite der Faser	meist abgerundet		verkalkte Parenchymzellen und Gefäßbruchstücke	

Für die Erkennung und das Auseinanderhalten von Jute, Manila und Adansonia bietet der Gesamteindruck, welchen das mikroskopische Bild, als Ganzes betrachtet, auf den Beobachter macht, oft einen Anhalt. Dieser durch die Gesamtwirkung von Streifung, Abmessung, Krümmung, Starrheit usw. der Fasern auf das Auge hervorgerufene Eindruck läßt sich schwer beschreiben,

dagegen geben ihn die photographischen Aufnahmen (Tafel III, XIX, XXI) wieder. Der Beobachter muß sich durch eingehende Betrachtung mikroskopischer Bilder der genannten drei Faserarten mit dem Gesamteindruck vertraut machen.

### 7. Japanische Papierfasern.

**Gampi, Mitsumata und Kodzu.** Als Rohmaterial für die Herstellung ihrer eigenartigen, auch bei uns zur Verwendung kommenden Papiere dient den Japanern der Bast der drei Pflanzen:

Wickstroemia canescens (Gampi),  
Edgeworthia papyrifera (Mitsumata oder Dsuiko),  
Broussonetia papyrifera (Kodzu).

Wenn man daher von Fasern japanischen Ursprungs spricht, sind in den meisten Fällen diese 3 Arten gemeint, welche in China und Japan in bedeutender Menge gebaut werden und in ihrem Baste feine, geschmeidige Fasern von großer Länge und Festigkeit besitzen. Die technisch wichtigste unter den 3 Faserarten ist die *Bastfaser* des Papiermaulbeerbaumes (Kodzu); sie ist gänzlich unverholzt, hat walzenförmige Gestalt und ähnlich der Leinenfaser knotenartige Verdickungen; ihre Länge beträgt 10 bis 20 mm, ihre Breite 0,014 bis 0,031 mm. Ein Merkmal für die Erkennung der Kodzufaser (Tafel XXIV) ist die eigenartige Bildung der Membran, die von einer äußeren abstehenden Schicht wie von einer Scheide umschlossen wird. Die leicht verholzte, 0,007 bis 0,020 mm breite Gampifaser (Tafel XXII) wird für die dünnsten Papiersorten benutzt; da sie jedoch in Japan weniger gut gedeiht als die zwar etwas geringwertigere, aber leicht bleichbare Mitsumata, wird sie von dieser immer mehr verdrängt. Die 0,007 bis 0,024 mm breite Mitsumatafaser (Tafel XXIII) ist bandartig geformt und zeigt ähnliche Überschlagen, wie sie der Baumwolle eigen sind. — In Jod-Jodkaliumlösung färben sich die genannten drei Fasern gelblich bis braun, in Chlorzinkjodlösung blau und bläulichrot. Eine eingehende Schilderung dieser Fasern unter Beigabe von Abbildungen ist von MARTENS in den Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1888, Sonderheft IV, veröffentlicht.

In der Österreichischen botanischen Zeitschrift 1926 Nr. 7 bis 9 berichtet KAMETARO OHARA über seine Versuche, auch das Aschenbild der japanischen Fasern zur Unterscheidung der verschiedenen Sorten mit heranzuziehen; das mikroskopische Bild zeigt Kalkoxalatdrüsen bei Edgeworthia und Kriställchen von phosphorsaurem Kalk bei Wickstroemia.

Zur Unterscheidung zwischen Gampi und Mitsumata empfiehlt H. IMAI<sup>1</sup> die Behandlung des bei Raumtemperatur getrockneten Fasermaterials mit einigen Tropfen 17,5%iger Natronlauge auf dem Objektträger. Unter dem Mikroskop zeigt dann Mitsumata perlenartige Quellungserscheinungen, während Gampi gestreckt bleibt.

### 8. Torf.

Die Hauptmasse der Torffaser besteht aus den Bastteilen der Blattgefäßbündel des Wollgrases (Eriophorumarten) und Stämmchen von Torfmoosarten (Sphagnum). Für die Erkennung von Torfpapieren sind Fragmente von Sphagnumblättern, wie sie Tafel XXV zeigt, und die verholzten Oberhautzellen von Eriophorum charakteristisch. Im ungebleichten Zustand läßt sich Torf im Papier nach WIESNER<sup>2</sup> auch makroskopisch nachweisen, wenn eine Probe des Papiers mit konzentrierter Sodalösung gekocht wird; es entsteht

<sup>1</sup> IMAI, H.: Cellulose Ind. Bd. 62 (1937) 9, 13; Ref. Zellstoff u. Papier 18 (1938) S. 78.

<sup>2</sup> WIESNER, J. VON: Die Rohstoffe des Pflanzenreiches, 4. Aufl., Bd. 1, S. 660. Leipzig 1927.

dann bei Gegenwart von Torf eine schwarzbraune Lösung, aus der durch Salzsäure Huminsubstanzen in Form eines rotbraunen, flockigen Niederschlages ausfallen. Torf findet als Papierfaser nur sehr wenig Verwendung.

### Gruppe III: Lumpenfasern (Hadern).

#### Baumwolle (Tafel XXVI).

Mit dem Namen Baumwolle bezeichnet man die *Samenhaare* zahlreicher Arten der Malvaceengattung *Gossypium* (*G. barbadense*, *G. herbaceum*, *G. arborescens* usw.). Diese Haare sind bis zu 60 mm lang, 0,02 bis 0,04 mm breit,



Abb. 25. Spiralförmig gedrehte Baumwollfaser.

kegelförmig sich nach dem Ende zu verjüngend, einzellig und ohne Querwände. Die Enden sind stumpf bis rundlich, werden aber im Papier selten angetroffen. Die Zelle ist einem Schlauche ähnlich, dessen Lumen etwa  $\frac{1}{3}$  bis  $\frac{2}{3}$  des ganzen Durchmessers ausmacht. Trocknen diese Samenschläuche aus, so klappen die Wände, da sie wegen ihres schwachen Baues dem Luftdruck nicht widerstehen



Abb. 26. Gitterförmige Streifung bei der Baumwollfaser.

können, aufeinander, und die gleichzeitig auftretenden Spannungen der Wandung veranlassen eine *spiralförmige Drehung* der Zelle, eine Erscheinung, die zum leichten Erkennen der Baumwolle wesentlich beiträgt. Abb. 25 gibt ein Bild der *rohen* Baumwollfaser, an welcher diese Drehung sehr deutlich zu beobachten ist. Bei den aus dem *Papier* stammenden Fasern oder Faserteilchen



Abb. 27. Baumwollfaser mit verengtem Lumen.

tritt diese Erscheinung seltener und weniger deutlich auf, da man es immer nur mit verhältnismäßig kurzen Enden zu tun hat.

Indessen ist die Baumwolle, wenn sie gut erhalten ist, auch ohne diese spiralförmigen Windungen mit keiner der übrigen Lumpenfasern zu verwechseln. Zunächst fehlen der Faser sowohl die dem Leinen und Hanf eigentümlichen Poren, Kanäle, die vom Lumen aus durch die Wandung nach außen verlaufen, als auch die zahlreichen knotenartigen Auftreibungen. Ferner zeigt die Zellwand vielfach eine höchst charakteristische *Streifung*, die der ganzen Zelle eine gitterförmige Zeichnung aufprägt (Abb. 26). Allerdings kommen auch bei dem Nadelholzstoff derartig gitterförmig gezeichnete Zellen vor, indessen ist eine Verwechslung mit diesen schon infolge der verschiedenen Färbung mit Jodlösungen ausgeschlossen.

Die eigentümliche Streifung in Verbindung mit dem weiten Hohlkanal der Zelle und das Fehlen von Poren und Knötchen, wie sie den folgenden beiden



Faserarten eigentümlich sind, bilden demnach sichere Anhaltspunkte zur Erkennung der Baumwolle. Zudem hat sie von den Lumpenfasern den größten Durchmesser und erscheint durch die Jodlösung meist etwas dunkler gefärbt als die Leinen- und Hanffaser.

Es kommt zuweilen vor, daß durch Drehen oder Zusammendrücken der Faser der Hohlkanal so eng wird, daß er nur als dunkle Linie erscheint (Abb. 27); man hüte sich davor, in solchen Fällen die Faser mit der Leinenfaser zu verwechseln.

Neben aus Hadern und neuen Abschnitten hergestelltem Baumwollenhalfstoff werden auch „Linters“ zur Papiererzeugung verwendet, worunter der kurze Haarbelag, der nach der Entfernung der eigentlichen Baumwollfasern auf der Samenoberfläche zurückbleibt, zu verstehen ist. Ein Zeichen für die Gegenwart von Linters im Papier ist nach Untersuchungen von B. SCHULZE<sup>1</sup> das verhältnismäßig häufige Auftreten von natürlichen Faserenden, die zwar mannigfaltige



Abb. 28. Leinenfaser.

Formen, darunter aber vorzugsweise eine für die Lintersfaser charakteristische breite, kolbenförmige Ausbildung aufweisen.

#### Leinen (Tafel XXVII).

Die *Bastzellen* der Flachspflanze (*Linum usitatissimum*), 4—70 mm lang<sup>2</sup>, sind etwa halb so breit wie die Haare der Baumwolle, 0,01 bis 0,03 mm, sehr regelmäßig gebaut und spitz auslaufend. Im Papier allerdings wird man die natürlichen Enden der Fasern sehr selten beobachten, da diese durch den Fabrikationsprozeß meist stark beschädigt werden (Abb. 28).



Abb. 29. Leinenfaser mit Poren.

Charakteristisch für die Leinenfasern sind die sich oft in sehr kurzen Abständen wiederholenden *Verschiebungen* der Wand, welche bei der Verarbeitung der Faser Anlaß zu Knotenbildungen geben. Bei sehr starker Verdickung werden diese *Knoten* durch den Fabrikationsprozeß häufig breitgequetscht, eine Erscheinung, die in manchen Fällen bis zum vollständigen Bruch der Fasern an der verdickten Stelle führen kann.

Neben diesen Knoten ist der enge Hohlkanal der Zelle für deren Erkennung von Wichtigkeit. Da die Wände sehr stark sind, so ist der Kanal meist nur als dunkle Linie zu beobachten. Dabei sind Zellen, bei denen man den Hohlkanal von Anfang bis zu Ende verfolgen kann, nicht sehr häufig. Bei vielen, namentlich den schwächeren Fasern, sieht man mit geringeren Vergrößerungen den Kanal überhaupt nicht; bei anderen erscheint er auf einer kurzen Strecke, wird dann so eng, daß er dem Beobachter entschwindet und kommt eine kurze Strecke weiter mit großer Deutlichkeit wieder zum Vorschein.

<sup>1</sup> SCHULZE, B.: Papierfabrikant **33** (1935) S. 166.

<sup>2</sup> Diese Werte weichen sehr wesentlich von denen ab, die man sonst vielfach in Lehrbüchern angegeben findet; sie sind das Ergebnis von rund 20 000 Messungen, die gelegentlich einer umfangreichen Arbeit über Flachs ausgeführt worden sind. HERZBERG, W.: Flachsuntersuchungen. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem, 1902, S. 312.

Zugleich ist die Wand der Zelle von zahlreichen *Poren* durchsetzt, die von dem Inneren aus nach dem Rande zu verlaufen und als dunkle Linien erscheinen (Abb. 29).

Die Enden der Fasern sind oft sehr fein und lang ausgefasernt (Abb. 28 und Tafel XXVII), eine Eigentümlichkeit, die aber nicht nur, wie oft angegeben wird, dem Flachs allein eigen ist, sondern auch bei Baumwolle vorkommen kann.

Zur Unterscheidung von Leinen und Baumwolle empfiehlt WIESNER<sup>1</sup> die Behandlung der Fasern mit einer Mischung von verdünnter Chromsäure und Schwefelsäure. Nach kurzer Einwirkungsdauer führt leichter Druck auf das Deckglas zu einem Zerfall der Fasern. Leinen zerfällt in kurze, quer abgetrennte Teile („wie wenn man einen Baumstamm durch die Säge in Klötze zerlegt hätte“), Baumwolle in zahllose kleine Splitter.

Sind Baumwoll- und Leinenfasern durch quetschende Wirkung beim Mahlen bis zu Fibrillen aufgelöst, so ist eine Unterscheidung meist nicht mehr möglich.

### Hanf (*Cannabis sativa*).

Der anatomische Bau der Hanffaser ist dem des Flachses ungemein ähnlich, und nur in rohem Zustande oder in Garnen kann man die beiden Fasern, namentlich durch die Quellungserscheinungen in Kupferoxydammoniak und durch die Bruchstücke der Oberhaut, mit Sicherheit voneinander unterscheiden. Im Papier kann von diesen Merkmalen kein Gebrauch gemacht werden; die Quellungserscheinungen lassen im Stich, und Oberhautstücke sind nicht mehr vorhanden. Es treten bei Hanf dieselben knotenartigen Auftreibungen auf wie bei Flachs, dieselben zerquetschten Knoten und dieselben ausgefaserten Enden.

Doch ist es A. HERZOG<sup>2</sup> gelungen, auf polarisationsmikroskopischem Wege auch im Papier eine Unterscheidung zwischen Leinen und Hanf herbeizuführen, allerdings mit der Einschränkung, daß sie nicht bei allen, insbesondere nicht bei fibrillierten Fasern möglich ist. Die Unterscheidung beruht darauf, daß bei der Untersuchung zwischen gekreuzten Nikols in den Orthogonalstellungen der Fasern (0 und 90°) nach Einschaltung eines Gipsplättchens Rot I (45°) der optische Charakter der auftretenden Interferenzfarben bei Flachs und Hanf entgegengesetzt ist. Die Flachsfaser geht bei Drehung aus der Additionslage (+ 45°) durch Indigo II in die Subtraktionslage (4—5°) über, wenn die Drehung durch die Orthogonalstellung 0°, durch Orange I, wenn die Drehung durch die 90°-Stellung erfolgt. Beim Hanf ist der Farbenübergang durch die Orthogonalstellungen entgegengesetzt. Damit diese optischen Erscheinungen möglichst deutlich hervortreten, sollen die zu untersuchenden Fasern mit starker Kalilauge behandelt und gegebenenfalls mit einem runden Glasstab annähernd senkrecht zur Faserrichtung kräftig gequetscht werden.

Da beide Faserarten an sich gleichwertig für die Beurteilung des Papiers sind, ist ihre Unterscheidung nur in Sonderfällen von Bedeutung.

*Schäben.* Bei der Verarbeitung grober Leinen- und Hanflumpen gelangen Schäben (Holzteile des Stengels) in das Papier, die durch das Kochen und Bleichen aufgeschlossen werden und sich in Chlorzinkjodlösung meist rein blau färben. Sie enthalten neben häufig lanzettenförmigen *Holzzellen* auch *Tüpfel-* und *Spiralgefäße*, sowie *Parenchym*. Das Fehlen von gezähnten Epidermiszellen schließt eine Verwechslung mit Strohzellstoff aus<sup>3</sup>.

Bei den aus Spinnabfällen hergestellten Halbstoffen erreicht der Gehalt an aufgeschlossenen Schäben oft eine beträchtliche Höhe (25 % und mehr). Derartige Stoffe dürfen wegen ihres Gehaltes an Schäbenzellstoff nicht zur Herstellung von Papieren der Stoffklasse I (Normal 1, 2 und 8a) verwendet werden.

Halbstoffe dieser Art können im Sinne der Papiernormalien nicht kurzweg als „Leinenhalbstoff“, wie es meist geschieht, bezeichnet oder mit diesem auf eine Stufe gestellt werden; sie sind ein Gemenge von Bastfasern und Schäbenzellstoff<sup>4</sup>.

<sup>1</sup> WIESNER, J. VON: Die mikroskopische Untersuchung des Papiers. Wien 1887.

<sup>2</sup> HERZOG, A.: Zur Unterscheidung von Flachs und Hanf in Papieren. Wbl. Papierfabr. 71 (1940) S. 640. — Über Polarisationsmikroskopie siehe S. 30.

<sup>3</sup> Vgl. auch SELLEGER: Papierfabrikant 3 (1905) S. 265.

<sup>4</sup> Ausführlicher ist hierauf von HERZBERG unter Beigabe von Abbildungen in den Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1916, S. 77 und im Wbl. Papierfabr. 45 (1914) Festheft S. 2294 eingegangen worden.

Nun gibt es allerdings Halbstoffe aus Spinnabfällen, die nur noch so wenig Schäbenzellstoff enthalten (unter 5%), daß man sie technisch als ausschließlich aus Bastfasern bestehend ansehen kann, und derartige Halbstoffe können selbstverständlich zur Anfertigung der erwähnten Papiere benutzt werden.

Schäbenzellstoff kommt also nur als Beimengung im Papier vor. Seine alleinige Verwendung für die Herstellung von Papier scheitert an der Kürze der Fasern; als häufigste Werte wurden von JAYME und Mitarbeitern<sup>1</sup> 0,2 bis 0,4 mm gefunden.

*Merkmale zur Unterscheidung von alten und neuen Lumpen.* Die Zerstörungserscheinungen der Lumpenfasern und ihre Färbung in Chlorzinkjod geben zuweilen Fingerzeige für die Beantwortung der Frage, ob alte oder neue Lumpen verarbeitet worden sind. Alte und neue Lumpen werden beim Mahlen im Holländer verschieden angegriffen und zeigen daher voneinander abweichende Zerfaserungszustände. Alte, mechanisch und chemisch stark geschwächte Fasern brechen leicht ab und lassen sich auch bei vorsichtigster Mahlung nur schwer der Länge nach spalten; neue Lumpen spalten dagegen, normale Behandlung vorausgesetzt, leicht der Länge nach und geben ohne Schwierigkeit einen schmierigen Stoff. Im Mikroskop betrachtet, erscheinen bei den aus alten Lumpen herrührenden Fasern einige charakteristische Merkmale (Knoten bei den Leinenfasern, Streifung der Baumwollfasern) deutlicher als bei neuen Fasern; ferner sind die Enden in der Regel quer abgerissen und wenig ausgefaseret. Fasern, von kräftigen Lumpen und neuen Abfällen herrührend, sind dagegen oft der Länge nach aufgeteilt und stark ausgefaseret; die erwähnten charakteristischen Merkmale treten nur schwach auf, so daß die Unterscheidung der Fasern oft Schwierigkeiten bietet. Auch in bezug auf die Färbung mit Chlorzinkjodlösung zeigen sich oft Unterschiede. Fasern von alten Lumpen sind meist etwas stärker rot gefärbt als die von neuen; neue Leinenfasern sind sogar oft nur schwach bläulich gefärbt. Da es zwischen neuen Flickern bis zu ganz alten Lumpen natürlich alle möglichen Übergänge gibt, und das Aussehen der Fasern nicht allein von dem ursprünglichen Zustande der Lumpen, sondern auch vom Kochen und Mahlen abhängt, so muß man mit seinen Schlußfolgerungen auf Grund der Zerstörungserscheinungen und der Färbung der Fasern natürlich sehr vorsichtig sein.

#### **Ramie (Chinagrass)** (Tafel XXVIII).

Eine der wertvollsten Papierfasern liefert die in China, Japan und auf den Sundainseln wachsende Nesselart *Boehmeria nivea*, deren Bast unter den Namen Ramie oder *Chinagrass* bekannt ist. In papiertechnischer Hinsicht zeichnet sich die beinahe aus reiner Cellulose bestehende Faser durch ihre Weiße und vor allem durch die Eigenschaft aus, daß sie sich sehr leicht und ohne erheblichen Kraftaufwand in Fibrillen auflösen läßt und infolgedessen ein sehr festes und zähes Papier von feinem Gefüge liefert. Das seltenere Vorkommen der Ramiefasern als Papierrohstoff begünstigt seine Verwendung für Banknoten und Wertpapiere, um Nachahmungen zu erschweren. Die Elementarfasern sind sehr lang, etwa 60 bis 250 mm, und erreichen eine Breite bis zu 0,08 mm<sup>2</sup>; sie besitzen ausgeprägte Längsstreifen und zur Richtung der Längsachse geneigte Poren. Soweit die Fasern durch Mahlung nicht völlig zerstört sind, ist ihre auffallende Breite das deutlichste Erkennungsmerkmal für Ramie.

## **2. Kunstfasern.**

**Kunstseide, Zellwolle.** Kunstfasern eignen sich nicht zur Erzeugung fester Papiere, da sie beim Mahlen im Holländer in kurze Stücke zerfallen und sich nicht fibrillieren lassen. Als unbeabsichtigte Beimengungen sind sie vor allem in

<sup>1</sup> JAYME, PFRETZSCHNER u. DITZ: Zellstoffgewinnung aus Flachsschäben. Papierfabrikant **36** (1938) S. 46.

<sup>2</sup> VÉTILLART: *Fibres végétales textiles*, S. 106. Paris 1876.

baumwollhaltigen Papieren zu finden, wenn die verwendeten Hadern Beimischungen von Zellwolle enthielten. Hierbei ist im wesentlichen nur mit Baumwolltypen von Viskose-Zellwolle zu rechnen, bei denen als Oberflächenstruktur eine Längsstreifung zu beobachten ist, herrührend von dem gelappten oder gezähnten Querschnitt der Faser. Nach dem Präparieren des Papierbreies mit Chlorzinkjod heben sich die Zellwollbruchstücke unter dem Mikroskop durch eine tiefdunkelviolette Färbung von den anderen sie umgebenden Fasern ab.

### 3. Tierische Fasern.

**Wolle** (Tafel XXIX). Wollhaltige Lumpen oder Abfälle werden in der Papierfabrikation nur zur Herstellung einiger Sondererzeugnisse, wie Kalanderswalzenpapier, geringe Sorten Löschpapier, Rohdachpappen, Wollfilzpappen u. a. verarbeitet. Auch zum Melieren finden geringe Mengen gefärbter Wollfasern Verwendung.

Das Erkennen der Wolle unter dem Mikroskop bietet keine Schwierigkeiten; sie weicht in ihrem Bau so sehr von den bisher besprochenen Fasern ab, daß Verwechslungen ausgeschlossen sind. Besonders ins Auge fällt die schuppenförmige Zeichnung der 0,01 bis 0,10 mm dicken Haare, hervorgerufen durch die nebeneinander oder dachziegelförmig übereinanderliegenden Hornschuppen; allerdings werden diese Schuppen bei der Bearbeitung der Lumpen mehr oder weniger entfernt, sie können streckenweise sogar ganz fehlen.

In Chlorzinkjodlösung erscheint die Wolle gelblich, in Jod-Jodkaliumlösung leuchtend gelbbraun, wenn sie ungefärbt in das Papier gelangt ist; anderenfalls behält sie den von der Textilfärbung herrührenden Farbton bei. Dies erschwert die mikroskopische Schätzung. VIDAL und GOLDSMID<sup>1</sup> empfehlen deshalb eine Bleiche der Probe mit Kaliumpermanganat, nach der alle Wollfasern die Gelbfärbung mit Jodlösungen annehmen.

**Leder.** Zu Pappen, die als Lederersatz dienen sollen, werden Lederabfälle mit verarbeitet. Bei der mikroskopischen Prüfung findet man meist unvollkommen zerfaserte, teils zerbröckelte Stücke vor, die nur undeutlich eine Faserstruktur erkennen lassen und sich mit Jodlösungen wie Wolle gelb bis gelbbraun färben. Seltener sind Bündel von dünnen runden Fasern anzutreffen, die seilartig verflochten erscheinen.

### 4. Mineralfasern.

**Asbest** (Tafel XXX). Der aus wasserhaltiger kieselaurer Magnesia bestehende Asbest dient zur Herstellung feuerbeständiger Pappen, die für Dichtungen von Dampfleitungen, Wärmeisolierung u. dgl. verwendet werden. Das mikroskopische Bild zeigt die sehr dünnen und langen Asbestfäserchen, teilweise isoliert, teilweise zu strähnenartigen Bündeln vereinigt, die sich mit Chlorzinkjod- und Jodjodkaliumlösung blaßgelb bis braun färben.

**Glas- und Schlackenwolle.** In asbesthaltigen Erzeugnissen kommen als Ersatz für Asbest auch Glas- und Schlackenwolle vor. Die zylindrisch geformten glatten Fasern zeigen keine Struktur und sind schon durch ihren Charakter ohne weiteres von Asbest zu unterscheiden. In Chlorzinkjod- und Jodjodkaliumlösung bleiben sie zum Unterschied von Asbest farblos. Schlackenwolle zeigt, worauf OBERLIES und KRÜGER<sup>2</sup> hinweisen, an dem einen Faserende tropfenförmige Verdickungen.

#### **Einfluß der Mahlung auf die Erkennbarkeit der Fasern.**

Die mikroskopische Identifizierung der verschiedenen Faserarten ist bei rösch gemahlenem Stoff auf Grund der vorgenannten morphologischen Merkmale

<sup>1</sup> VIDAL u. GOLDSMID: Mon. de la Papet. 1935, Nr. 15.

<sup>2</sup> OBERLIES, F. u. D. KRÜGER: Wiss. Abh. dtsch. Materialprüf.-Anst., II. Folge (1942), H. 4.

im allgemeinen sichergestellt, sie wird jedoch um so schwieriger, je stärker der Stoff gemahlen ist und wird fast unmöglich, wenn es sich um stark fibrillierte Fasern handelt, wie z. B. bei sehr schmierig gemahlenden Hadernpapieren. In solchen Fällen kann man lediglich aus den noch einigermaßen unverletzten Teilen der Fasern Rückschlüsse auf die Art des fibrillierten Anteiles ziehen.

Der Einfluß des Mahlzustandes auf das Aussehen der Fasern im mikroskopischen Bilde ist aus den Tafeln XXXI und XXXII zu ersehen. Tafel XXXI enthält Aufnahmen in 25facher Vergrößerung von folgenden Papieren:

Papier-Nr.	Art des Papiers	Stoffzusammensetzung	Papier-Nr.	Art des Papiers	Stoffzusammensetzung
1	Zigarettenpapier	Wegen starker Zermahlung nicht mit Sicherheit zu ermitteln; wahrscheinlich Leinen oder Hanf	4	Dokumentenpapier aus ungebleichten Lumpen	Leinen, geringe Mengen Baumwolle
2	Holländisches Banknotenpapier		5	Normal 1	Leinen, Baumwolle
			6	Normal 1	Baumwolle, geringe Mengen Leinen
3	Normal 1	Leinen, Zusatz Baumwolle; ein Teil der Fasern stark zermahlen	7	photographisches Papier	Leinen, sehr geringe Mengen Baumwolle
			8	photographisches Papier	Leinen, sehr geringe Mengen Baumwolle
			9	Löschpapier	Baumwolle
			10	Packpapier	Manilahanf

Bei Nr. 1 sind die Fasern derartig vermahlen, daß man kaum noch einzelne gut erhaltene Faserbruchstücke auffinden kann. Von Nr. 2 gilt fast dasselbe, jedoch finden sich hier schon mehrere noch bis zu einem gewissen Grade erhaltene Fasern. Verfolgt man die Papiere weiter, so wird man im großen und ganzen eine Abnahme feinsten Fibrillen und eine Zunahme besser erhaltener Fasern beobachten können bis zu den Papieren Nr. 9 und Nr. 10, welche nur noch in äußerst geringem Grade Zerstörungserscheinungen zeigen.

Beim Schmierigmahlen von Holzzellstoff findet weniger Fibrillierung als Fetzen- und Lappenbildung statt. Den Zustand der Fasern eines ungebleichten Sulfitzellstoffes in verschiedenen Mahlstufen veranschaulicht Tafel XXXII. Den Mahlzustand der Fasern in jedem einzelnen Fall zu beschreiben, ist außerordentlich schwer; das Bild wirkt in diesem Falle besser und aufschlußreicher.

### III. Fasermikroskopie.

#### 1. Instrumente und Methodik.

**Allgemeines.** Zur Bestimmung der im Papier enthaltenen Faserstoffe nach Art und Mengenanteile reicht ein Arbeitsmikroskop aus, das zweckmäßig mit einem Beleuchtungsapparat, einem Kreutztisch bzw. aufsetzbaren Objektführer und zum schnellen Wechsel der Okulare mit einem Okularrevolver ausgerüstet ist<sup>1</sup> (Abb. 30).

<sup>1</sup> Die bekanntesten Herstellerfirmen für Mikroskope und Nebengeräte sind: Zeiß-Jena, Winkel-Zeiß-Göttingen, Leitz-Wetzlar, Reichert-Wien, Seibert-Wetzlar, Busch-Rathenow. Zur Unterrichtung über die mikroskopische Bildentstehung und die Wirkungsweise des Mikroskops wird auf folgendes Schrifttum verwiesen: ABBE: Abhandlung über die Theorie des Mikroskops. Jena 1904. — Die Lehre von der Bildentstehung im Mikroskop, herausgeg. von LUMMER und REICHE. Braunschweig 1910. — CZAPSKI: Theorie der optischen Instrumente, 2. Aufl. Leipzig 1904. — HAGER: Das Mikroskop und seine Anwendung, herausgeg. von TOBLER, 13. Aufl. Berlin: Springer 1925. — METZNER: Das Mikroskop, 2. Aufl. des gleichnamigen Werkes von A. ZIMMERMANN. Leipzig u. Wien 1928. — STADE, G. u. H. STAUDE: Mikrophotographie. Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft 1939.

Für die meisten Aufgaben der mikroskopischen Papierprüfung genügen im allgemeinen zwei Vergrößerungen, eine etwa 50fache und eine etwa 250fache. Im Materialprüfungsamt wird hauptsächlich mit Zeißschen Mikroskopen, und zwar gewöhnlich mit Okular  $6\times$  (mit erweitertem Gesichtsfeld) in Kombination mit Objektiv 8 bzw. 40 gearbeitet. Will man sich einen Überblick über die Menge der verschiedenen Faserarten verschaffen, so wählt man die 48fache Vergrößerung, für die Unterscheidung der Faserarten die 240fache.

In manchen Fällen ist es von Vorteil, zwei verschiedene Präparate in einem Gesichtsfeld unmittelbar nebeneinander vergleichen zu können, z. B. bei Schätzung

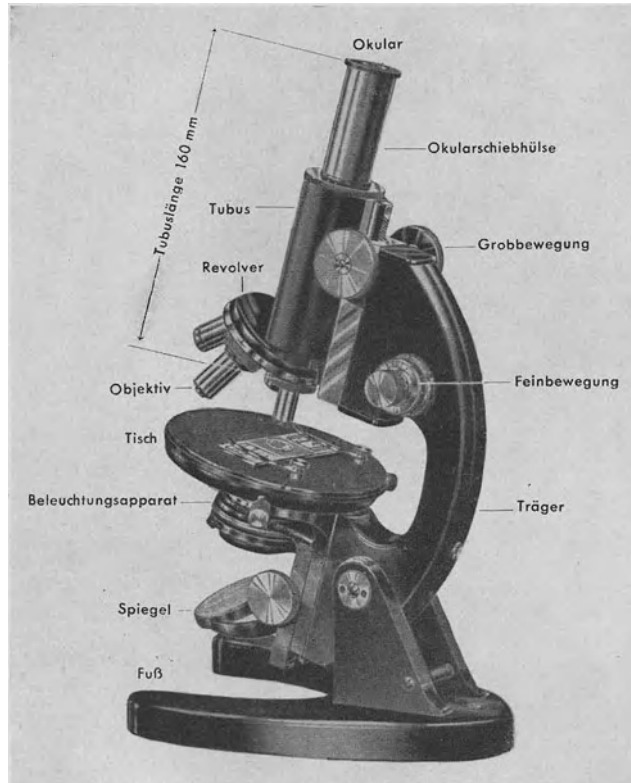


Abb. 30. Arbeitsmikroskop (Zeiß).

der Faseranteile nach Vergleichspräparaten (vgl. S. 51). Diese Möglichkeit bietet ein Vergleichsmikroskop, wie es in Abb. 31 dargestellt ist<sup>1</sup>.

Das Mikroskop wird gewöhnlich in einem Holzschrankchen geliefert. Bei häufigem Gebrauch läßt man es auf dem Arbeitsplatz stehen, bedeckt es aber nach erfolgter Benutzung mit einer Glaslocke. Am besten findet das Instrument in einer Entfernung von etwa 1 m von einem nach Norden gerichteten Fenster Aufstellung. Mittels des Rohrauszuges wird nun die Tubuluslänge hergestellt, für die die Optik des Mikroskops berechnet ist (bei Zeiß und Reichert 160 mm, bei Leitz und Seibert 170 mm; sind Nebenapparate, z. B. ein Revolver zwischen Tubus und Objektiv geschaltet, so muß der Tubusauszug um die Dicke der Revolverscheibe verringert werden). Besonders bei starken Objektiven kommt ein fehlerfreies Bild nur bei Einhaltung der richtigen Tubuslänge zustande. Durch Drehen des

<sup>1</sup> SCHULZE, B.: Das Zeiß-Vergleichsmikroskop in der Papier-Mikroskopie. Wbl. Papierfabr. **68** (1937) S. 466. — HERZOG, A.: Vergleichsmikroskopie. Kunstseide u. Zellwolle **20** (1938) S. 382.

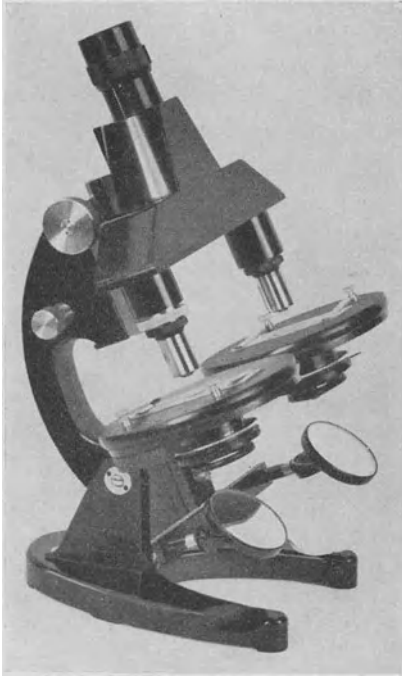


Abb. 31. Vergleichsmikroskop (Zeiß).

im auffallenden Licht wenig Beachtung geschenkt wurde. In neuerer Zeit wird jedoch in steigendem Maße von der Auflichtmikroskopie Gebrauch

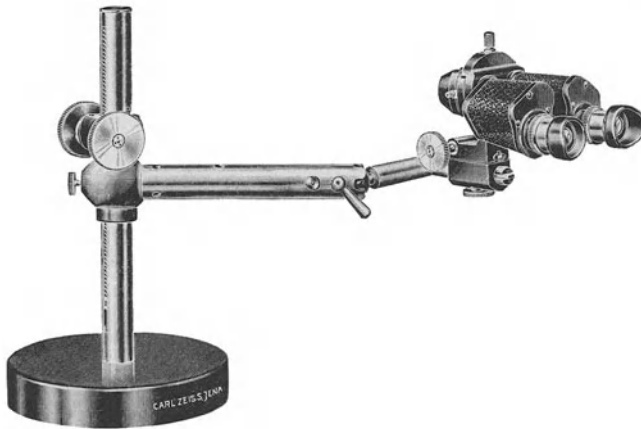


Abb. 32. Binokulares Lupenmikroskop (Zeiß).

Spiegels sorgt man für eine gleichmäßige Aufhellung des Gesichtsfeldes bei geöffneter Blende. Beim Mikroskopieren selbst wird nach Bedarf abgeblendet, da die größtmögliche Helligkeit nicht immer die meisten Strukturunterschiede hervortreten läßt. Ist das mit dem Probematerial beschickte Tragglass, der sog. Objektträger, auf den Tisch des Mikroskops gelegt, so wird der Trieb für grobe Einstellung solange gedreht, bis das Objektiv das Deckglas fast berührt. Dann sieht man ins Mikroskop und dreht den Tubus langsam aufwärts, bis das Bild des Gegenstandes erscheint, hierauf erfolgt die Feineinstellung mit der Mikrometerschraube (der Geübte kennt die erforderlichen Abstände der Objektive vom Deckglas und kann daher bei der Einstellung von vornherein abwärts drehen). Da das mikroskopische Bild den Gegenstand nicht in seiner ganzen Tiefe abbildet, muß unter steter Verwendung der Mikrometerschraube gearbeitet werden. Erst die geistige Vereinigung der verschiedenen gesehenen Bildebenen ergibt ein vollständiges Bild des Gegenstandes.

#### Untersuchung im auffallenden Licht.

Während die zuerst gebauten zusammengesetzten Mikroskope nur für eine Untersuchung im auffallenden Licht eingerichtet waren, hat der weitere Ausbau der Mikroskopie unter Benutzung von durchfallendem Licht solche Erfolge gezeitigt, daß bis vor kurzem der Betrachtung gemacht, insbesondere auch bei der Untersuchung und photographischen Wiedergabe der Papieroberfläche<sup>1</sup>.

In bequemer Weise kann man Beobachtungen im auffallenden Licht ohne besondere

Beleuchtungseinrichtungen mit binokularen Mikroskopen ausführen, die auf die zu prüfende Oberfläche unmittelbar aufgesetzt werden (Abbildung 32). Bei Verwendung monokularer

<sup>1</sup> ALBRECHT, K.: Zur mikroskopischen Untersuchung der Papierstruktur. Papierfabrikant **30** (1932) S. 473. — HERZOG, A.: Zur optischen Untersuchung von Papieren. Wbl. Papierfabr. **68** (1937) S. 918. — Über die Verwendung des auffallenden Lichtes bei der mikroskopischen Untersuchung von Textilien und Papieren. Wbl. Papierfabr. **61** (1930) S. 144. — HENNING, TH.: Oberflächenstruktur von Papier. Papierfabrikant **37** (1939) S. 226. — STAAR, G.: Über kriminalistische Schriftuntersuchung im Auflicht. Papierztg. **63** (1938) S. 1829. — RICHTER, M.: Die moderne Mikroskopie im auffallenden Licht. Dtsch. opt. Wschr. **18** (1932) S. 689.

Mikroskope, die wesentlich stärkere Vergrößerungen zulassen, muß bei der Auflichtbeobachtung für eine geeignete Objektbeleuchtung gesorgt werden. Man kann dabei mit verhältnismäßig steil auf das Objekt auftreffender Beleuchtung (vorwiegend Hellfeld) oder mit streifend auftreffender Beleuchtung (vorwiegend Dunkelfeld) arbeiten. Für beide Gruppen sind eine Reihe

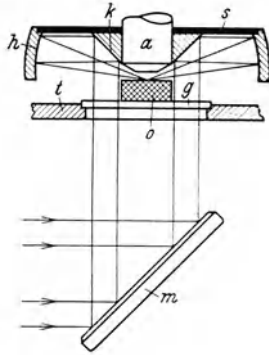


Abb. 33. Strahlengang bei Verwendung des Auflicht-Dunkelfeldkondensors. (Nach HAUSER.)

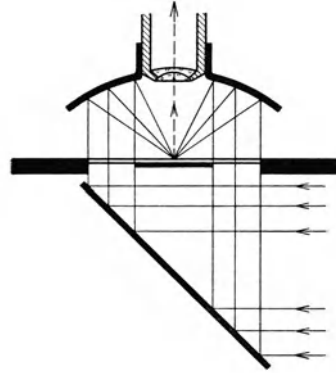


Abb. 34. Strahlengang bei Verwendung des LIEBERKÜHNschen Spiegels.

von Vorrichtungen entwickelt worden. Eine schräg auffallende Beleuchtung verstärkt die Schattenbildung und läßt die Oberfläche körperlich erscheinen. Diese Beleuchtungsart kann auf einfachste Weise durch eine seitlich aufgestellte Lichtquelle mit Sammellinse erreicht werden<sup>1</sup>. Verbessert wird diese Vorrichtung durch Verwendung eines *Opakspiegels*. Einen weiteren Fortschritt bringt der *Schräglichtilluminator* (Busch), der das Licht der Mikroskopierlampe sehr schräg von einer Seite auf das Objekt sammelt. Allseitige schräge Beleuchtung liefert der *Auflicht-Dunkelfeldkondensator* nach HAUSER<sup>2</sup> (Busch, Abb. 33). Für steil auffallende Beleuchtung genügt in einfachen Fällen der LIEBERKÜHN-Spiegel (Abb. 34), ein im Zentrum durchbohrter Metallspiegel, der über das Objekt geschoben wird. Er läßt sich bis herab zu 7—8 mm Brennweite verwenden, setzt aber, wie auch der HAUSER-Kondensator, geringe Objektgröße voraus.

Unabhängig von der Größe der Objekte und der Stärke der zu verwendenden Objektive ist der sog. *Vertikalilluminator*. Das Prinzip dieser Beleuchtungseinrichtung besteht darin, daß das Licht durch das Objektiv hin-

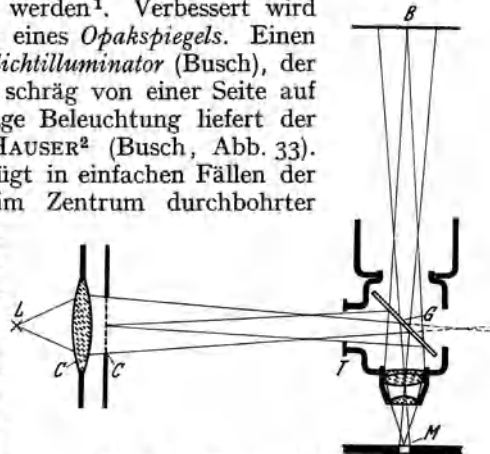


Abb. 35. Strahlengang bei Verwendung des Vertikalilluminators.

durch senkrecht auf das Objekt geworfen wird und reflektiert in das Mikroskop zurückgelangt (Strahlengang Abb. 35). Erreicht wird dieser Strahlengang dadurch, daß durch einen mit einer Linse versehenen seitlichen Ansatz Licht auf ein unter einem Winkel von 45° angeordnetes Deckgläschen oder ein kleines totalreflektierendes Prisma fällt, das in einem zwischen Tubus und Objektiv geschalteten Zwischenstück angebracht ist.

<sup>1</sup> Zu empfehlen sind hierfür die handelsüblichen Mikroskopierlampen mit gerichtetem Licht.

<sup>2</sup> HAUSER, F.: Hilfsmittel für die mikroskopische Untersuchung von Papieren und Textilien im auffallenden Licht. Wbl. Papierfabr. 61 (1930) S. 176.



Die Nachteile des Vertikalilluminators (reflexerzeugende Elemente im abbildenden Strahlengang, allzusteuerte Beleuchtungsrichtung) werden durch die neueren Auflichtgeräte ausgeschaltet, bei denen ringförmige Kondensoren fest um die Objektive angeordnet sind, wie z. B. beim *Ultropak* (Leitz) und beim *Epikondensor* (Zeiß). Die Wirkungsweise zeigt Abb. 36. Von dem seitlich angeordneten Beleuchtungsstutzen tritt das Licht in den Tubus parallel ein und wird von dem ringförmigen Spiegel, der unter  $45^\circ$  geneigt um den abbildenden Strahlengang angeordnet ist, nach unten reflektiert. Mehrere Ringlinsen, die das Objektiv umschließen, konzentrieren das Licht auf das Objekt. Kondensoren-system und Spezialobjektiv bilden jeweils eine untrennbare Einheit. Eine wahl-

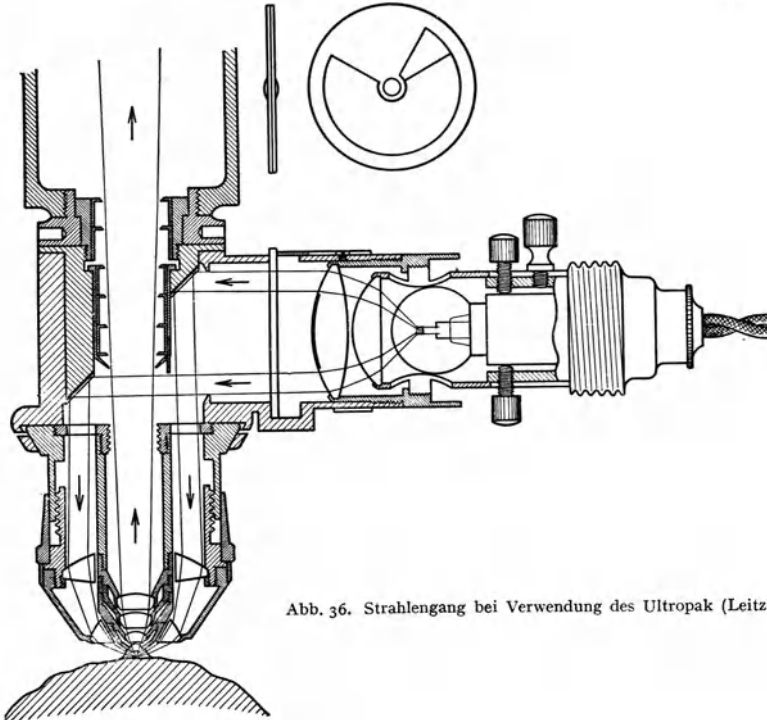


Abb. 36. Strahlengang bei Verwendung des Ultropak (Leitz).

weise Benutzung des Vertikalilluminatorprinzips und des Ringkondensors gestattet der *Univertor* (Busch).

**Lumineszenzmikroskopie.** Objekte, die die Eigenschaft haben, zu fluoreszieren oder denen man durch geeignete Behandlung diese Eigenschaft erteilen kann (vgl. S. 40), werden oft mit Vorteil mit ultraviolettem Licht beleuchtet. Dies kann sowohl im Durchlicht wie im Auflicht geschehen. Für das Beleuchtungssystem muß Quarzoptik benutzt werden. Als Lichtquelle wird zweckmäßig eine Bogenlampe mit Nickel-Dochtkohle verwendet. Das sichtbare Licht dieser Lichtquelle wird durch ein Ultraviolettfilter ausgeschaltet.

**Untersuchung im polarisierten Licht.** Zur Erzeugung des polarisierten Lichtes ist ein NICOLSches Prisma erforderlich, das am Kondensor befestigt wird (Polarisator) und ein zweites derartiges Prisma, das auf das Okular aufgesetzt wird (Analysator). An Stelle dieser Prismen werden neuerdings mit gutem Erfolg Filterpolarisatoren und -analysatoren aus Herapathit nach BERNAUER verwendet.

Betrachtet man Faserstoffe im polarisierten Licht bei gekreuzten Nikols, so treten sie aufgehehlt, oft mit spezifisch verschiedener lebhafter Färbung, auf schwarzem Grunde hervor. Dieses Verhalten beruht auf der Doppelbrechung des Lichtes durch die Zellmembran. Schon BEHRENS-Delft<sup>1</sup> und HÖHNEL<sup>2</sup> hatten vorgeschlagen, neben der Aufnahmefähigkeit für gewisse Farben auch das optische Verhalten der Fasern für ihre Trennung heranzuziehen und weiterhin hat A. HERZOG<sup>3</sup> in eingehenden Untersuchungen die Polarisationsmikroskopie der Textil- und Papierprüfung nutzbar gemacht.

Bei der Prüfung von Papierfasern im polarisierten Licht wird die Unterscheidungs-möglichkeit infolge der Strukturänderung der Fasern beim Bleichen und Mahlen sehr beeinträchtigt, so daß in den Fällen, in denen die Unterscheidungsmerkmale auf Grund des Baues der Fasern und der Färbung mit geeigneten Lösungen versagen, auch die Betrachtung im polarisierten Licht nur selten zum Ziele führt (vgl. S. 23, Unterscheidungen von Flachs und Hanf). Immerhin treten viele morphologisch-anatomische Einzelheiten, wie z. B. die wechselnde Wanddicke mancher Faserarten u. dgl. bei der Betrachtung zwischen gekreuzten Nikols besonders deutlich hervor. Auch bei der Untersuchung der Faserlagerung und der Oberfläche des Papiers ist polarisiertes Licht mit Vorteil verwendet worden<sup>4</sup>.

**Mikrophotographie.** Zur Förderung des mikroskopischen Sehens ist — insbesondere Anfängern — zu empfehlen, bemerkenswerte Einzelheiten des mikroskopischen Bildes durch Anfertigung von Zeichnungen festzuhalten. Erleichtert wird dies durch Benutzung von Zeichenapparaten, die mit Hilfe von Prismen und Spiegel das Bild des Objektes gleichzeitig mit der Bleistiftspitze auf dem Zeichenpapier sichtbar machen. Für eine *naturgetreue* Wiedergabe des Bildes ist jedoch die Mikrophotographie unerlässlich<sup>5</sup>.

Das Gelingen guter Aufnahmen setzt zunächst Herstellung guter Präparate voraus, die die Einzelheiten, auf die es ankommt, möglichst klar erkennen lassen. Ferner sind Erfahrungen in der Verwendung einer zweckentsprechenden Beleuchtungsanordnung bei künstlichem Licht und eine geeignete Optik erforderlich. Bei kleinen Abbildungsmaßstäben genügen kurzbrennweitige Photo-Anastigmaten,

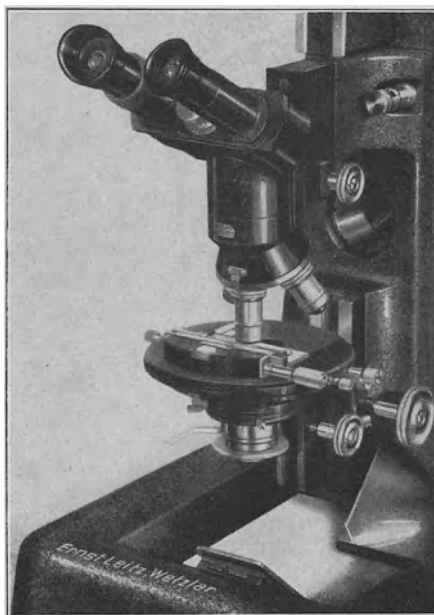


Abb. 37. Panphot-Mikroskop (Leitz).

<sup>1</sup> BEHRENS: Mikrochemische Analyse 1896.

<sup>2</sup> v. HÖHNEL: Die Mikroskopie der technisch verwendeten Faserstoffe, 2. Aufl. Wien u. Leipzig 1905.

<sup>3</sup> HERZOG, A.: Die Unterscheidung der Flachs- und Hanffaser. Berlin: Springer 1926. — HERZOG, A. u. P. HEERMANN: Die mikroskopische Untersuchung der Seide. Berlin: Springer 1924. — Mikroskopische und mechanisch-technische Textiluntersuchungen. Berlin: Springer 1931. Kunstseide 13 (1931) S. 312. — HERZOG, A.: Über die Anwendung des Polarisationsmikroskops bei der Untersuchung von Faserstoffen. Melliand Textilber. 21 (1940) Lief. 3, S. 97. — Zur Unterscheidung von Flachs und Hanf in Papieren. Wbl. Papierfabr. 71 (1940) S. 640.

<sup>4</sup> HERZOG, A.: Zur optischen Untersuchung von Papieren. Wbl. Papierfabr. 68 (1937) S. 918.

<sup>5</sup> HERZOG, A.: Mikrophotographie und Papierprüfung. Papierztg. 58 (1933) S. 1486. STADE, G. u. H. STAUDE: Mikrophotographie. Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft 1939.

bei größeren muß man, um gute Bildfeldebnung zu erreichen, mit Spezialmikroobjektiven arbeiten, bei weiterer Steigerung des Abbildungsmaßstabes mit Mikroobjektiv und Okular (am besten Kompensations- oder Periplan-Okulare, bzw. Homale oder Projektare).

Für die Aufnahmen kann man die normalen Mikroskopstative verwenden; über den senkrecht gestellten Tubus wird der Balgen der Kamera lichtdicht angeschlossen, der oben die Mattscheibe bzw. die Kassette mit der Platte trägt. Bei kleinen Abbildungsmaßstäben kommt man oft mit einer Kleinbildkamera (Leica, Contax) in Spezialausrüstung aus<sup>1</sup>. Diese bietet den Vorteil, daß man bei Reihenaufnahmen an Negativmaterial spart und Farbfilme verwenden kann<sup>2</sup>.

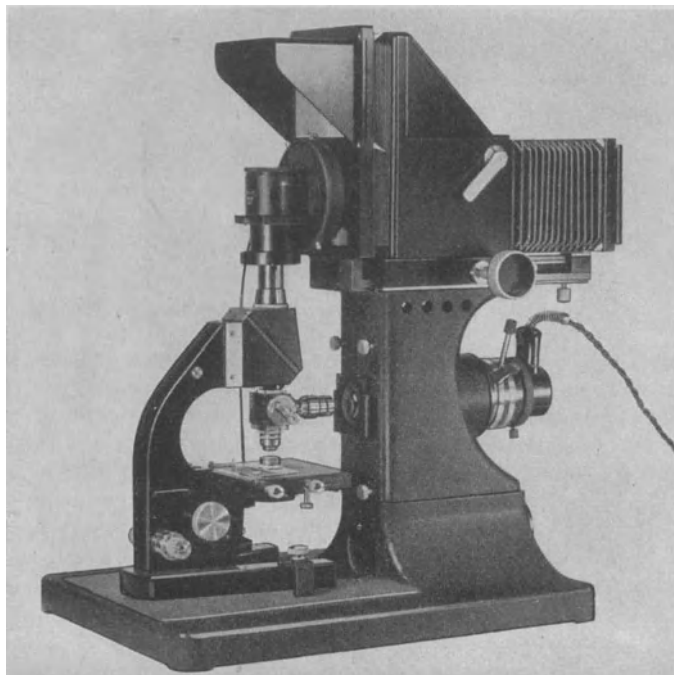


Abb. 38. Busch-Citophot.

Eine dauernde, feste Zentrierung von Mikroskop, Lichtquelle und Kamera besitzen neuere Geräte — sog. Universal-Kameramikroskope — die mit entsprechenden Zusatzgeräten und -einrichtungen allen Anwendungsmöglichkeiten in der Mikroskopie und Mikrophotographie gerecht werden. Der Übergang von der visuellen Beobachtung des mikroskopischen Bildes zur photographischen Aufnahme sowie die Veränderungen der verschiedenen Belichtungsarten erfordern nur wenige Handgriffe, so daß alle Voraussetzungen für ein schnelles Arbeiten gegeben sind. Schließlich können die Geräte auch als Projektionsapparate und zur Herstellung von Mikrozeichnungen dienen. Die bekanntesten Einrichtungen dieser Art sind das *Metaphot* (Busch), das *Ultraphot* (Zeiß)

<sup>1</sup> SCHNARF, K.: Zur Verwendung des Kleinformates in der mikrophotographischen Praxis. *Photogr. u. Forsch.* Bd. 1 (1935/36) H. 3 S. 76. — OEHLINGER, S.: Die Mikrophotographie in der Chemie. *Photogr. u. Forsch.* Bd. 1 (1935/36) H. 5 S. 161.

<sup>2</sup> REINERT, G. G.: Farbige Mikrophotographie mit der Kleinbildkamera. *Photogr. u. Forsch.* Bd. 2 (1937/38) S. 229. — NAUMANN, H.: Mikroskopie und Farbfilm. *Bl. Untersuch.- u. Forsch.-Instrum.* Bd. 10 (1936) S. 53.

und das *Panphot* (Leitz) (Abb. 37). Zur Verwendung eines beliebigen Mikroskopes ist das *Busch-Citophot* (Abb. 38) eingerichtet, das die Vorzüge der festen Mikroaufnahmegeräte dem jeweils vorhandenen Mikroskop zuteil werden läßt.

Um die Oberfläche von Papier oder Geweben plastisch auf dem Bild erscheinen zu lassen, empfiehlt sich die Herstellung von Mikrostereoaufnahmen. Über die Technik hierzu wird auf einen Bericht von A. HERZOG verwiesen<sup>1</sup>.

### Vorbereitung des Papiers zum Mikroskopieren.

Um klare mikroskopische Bilder zu erhalten, muß die Probe auf schonende Weise vollständig zerfasert und von Leim-, Füllstoffen usw. befreit werden. Dies geschieht auf folgende Weise: Zur Erlangung einer guten Durchschnittsprobe entnimmt man, wenn möglich aus verschiedenen Bogen, kleine Stücke des zu untersuchenden Papiers, feuchtet mit Wasser an und knetet die Probe zunächst zwischen Daumen und Zeigefinger gut durch. Darauf wird das so vorbehandelte Material zu einer kleinen Kugel zusammengerollt und in ein Reagensglas gebracht. Das Reagensglas wird bis zu etwa einem Drittel mit 0,5 bis 1%iger Natronlauge gefüllt, über einem Bunsenbrenner kurze Zeit bis zum Sieden der Flüssigkeit erhitzt<sup>2</sup> und danach unter der Wasserleitung abgekühlt. Nun verschließt man das Reagensglas mit dem Daumen und schüttelt kräftig durch. Nach dem Abscheiden der Lauge auf einem engmaschigen Drahtsieb von etwa 6 cm Dmr. (mindestens 900 Maschen je Quadratzentimeter, bei sehr feinem Holzschliff empfiehlt sich sogar die Verwendung eines 5000-Maschensiebes) wird der erhaltene Faserbrei in das Reagensglas zurückgebracht und durch Schütteln mit Wasser gut ausgewaschen. Die Faser-aufschwemmung kommt erneut auf das Sieb und wird so von dem überschüssigen Wasser befreit. — Sollte das Probematerial nach dieser Behandlung noch nicht ganz zerfasert sein und noch Klümpchen aufweisen, so wird die ganze Vorbereitung: Kneten mit den Fingern, Aufkochen mit Lauge und nachfolgendes Auswaschen wiederholt.

*Pappen, Preßspäne* und ähnliche Erzeugnisse, welche beim Kochen mit Lauge nur schwer erweichen, spaltet man vorher in dünne Blätter und weicht diese in Wasser auf, um das Material der Einwirkung der Lauge leichter zugänglich zu machen.

*Gefärbte* Papiere werden im allgemeinen nicht anders behandelt als ungefärbte. Die Farbe wird häufig schon durch den Kochprozeß zerstört oder doch so umgewandelt, daß sie bei der Untersuchung nicht hindert; auch bei widerstandsfähigeren Farben pflegt die mikroskopische Untersuchung von gefärbtem Papierbrei im allgemeinen keine größeren Schwierigkeiten zu machen als das Mikroskopieren von ungefärbtem Brei. Eine besondere Behandlung des Papiers oder des Breies zur Entfernung des Farbstoffes ist nur dann erforderlich, wenn die Farbe so dunkel ist, daß sie den Bau der Fasern verdeckt. Hierfür kommen als Oxydationsmittel Salpetersäure und Chlorkalk, als Lösungsmittel Alkohol, Ammoniak, Eisessig und Salzsäure in Frage. Reduzierend wirken Hydrosulfit, Stannochlorid und Salzsäure in Verbindung mit metallischem Zinn. Ein Verfahren, das in allen Fällen zum Ziele führt, kann nicht angegeben werden, da die Art der Beseitigung in jedem einzelnen Falle von der chemischen Natur des Farbstoffes abhängig ist.

<sup>1</sup> HERZOG, A.: Mikrostereo-Aufnahmen von Faserstoffen. Wbl. Papierfabr. 71 (1940) S. 205.

<sup>2</sup> Schon bei dieser Behandlung verrät sich die Anwesenheit von Holzschliff. Holzschliffhaltiges Papier färbt sich erbsengelb, holzschliffreies bleibt im Aussehen unverändert. Liegt jedoch infolge Überbleiche stark oxycellulosehaltiger Zellstoff vor, so färbt sich die Natronlauge zitronengelb.

Mit *Kautschuk* durchtränkte Papiere werden entweder 24 Stunden in Chloroform belassen, wobei sich der Kautschuk zum größten Teil löst, oder in einem mit langem Steigrohr versehenen Kölbchen mit Anisol ausgezogen und mit Benzol-Alkohol nachgewaschen. Darauf wird in der besprochenen Weise weiter behandelt.

Mit *Teer* oder *Bitumen* getränkte Papiere oder Pappen (Dachpappen) werden zur Entfernung der Imprägnierung ebenfalls mit Chloroform ausgezogen.

Bei *wollhaltigen* Papieren (Kalanderpapier, Rohdachpappe, Wollfilzpappe usw.) ist Lauge bei der Vorbereitung zum Mikroskopieren zu vermeiden, da Wolle von Natronlauge gelöst bzw. bei Verwendung schwacher Konzentrationen angegriffen wird. In diesen Fällen wird nur mit Wasser aufgekocht.

*Pergamentpapiere* zerfasern bei der Behandlung mit Natronlauge nicht, doch führt folgendes von BARTSCH entwickelte Verfahren zum Ziele<sup>1</sup>. Ungefähr 1 g Papier wird in schmale Streifen geschnitten und in einem Reagensglase mit 50 cm<sup>3</sup> gesättigter Kaliumpermanganatlösung (6,5 g Kaliumpermanganat auf 100 g Wasser) übergossen. Die Lösung läßt man bei dünnen oder schwach pergamentierten Papieren 45 bis 60 min, bei dicken oder stark pergamentierten Papieren 60 bis 75 min einwirken, gießt dann ab und wäscht mehrmals mit Wasser aus. Zur Entfernung des auf der Faser niedergeschlagenen wasserunlöslichen braunen Mangansuperoxyds übergießt man das Papier mit etwa 25 cm<sup>3</sup> 5%iger Oxalsäure oder Ammoniumoxalat unter Zusatz einiger Kubikzentimeter verdünnter Schwefelsäure und läßt die Lösung so lange einwirken, bis das Papier wieder farblos erscheint, was etwa 5 min in Anspruch nimmt. Die Oxalsäure wird dann abgossen und das Papier nochmals mit Wasser gewaschen. Äußerlich erscheint es bis dahin unverändert, da es seinen Zusammenhalt noch nicht verloren hat. Durch rollendes Kneten zwischen den inneren Handflächen läßt es sich aber leicht in eine Breikugel verwandeln, die dann durch bloßes Schütteln im Reagensglas mühelos zerfasert wird. Die Klarheit der mikroskopischen Bilder und die Unterschiede in der Färbung der verschiedenen Fasergruppen können noch dadurch verbessert werden, daß man den mit Kaliumpermanganatlösung gewonnenen Brei 1 bis 2 min mit kalter 43%iger Schwefelsäure im Reagensglas durchschüttelt und nach dem Filtrieren mit Wasser gut auswäscht. Hierdurch werden die letzten auf den Fasern sitzenden Amyloid-Gerinnel und andere Unreinigkeiten entfernt.

Auch mit *gehärtetem Tierleim* oder *Kasein* imprägnierte Papiere lassen sich in den meisten Fällen nicht ohne weiteres durch Kochen mit Natronlauge zerfasern. Erforderlich ist eine 24-stündige Vorbehandlung mit 2%iger Essigsäure bei Zimmertemperatur. Wenn dies nicht zum Ziele führt, kocht man die Probe 10 min mit 5%iger Phosphorsäure, wäscht mit Wasser aus und behandelt dann mit Natronlauge.

Besonders schwierig gestaltet sich die Zerfaserung von *Hartpapieren*, womit ein Werkstoff bezeichnet wird, der aus einzelnen mit gehärteten Kunstharzen imprägnierten und unter Druck zusammengeschweißten Papierlagen besteht. Zur Imprägnierung werden hauptsächlich Kunstharze auf Phenol-Formaldehydbasis (Bakelite) oder Harnstoff- bzw. Thioharnstoff-Basis verwendet. Infolge der Härtung sind die Imprägnierungen gegen chemische Einwirkung sehr widerstandsfähig, so daß eine Trennung der Faserstoffe vom Imprägniermittel nach den bisher beschriebenen Methoden nicht möglich ist.

Mit *Bakelit* imprägnierte Papiere können nach W. ESCH und R. NITSCHÉ<sup>2</sup> durch 24-stündige Behandlung mit flüssigem  $\alpha$ -Naphthol bei 160 bis 180° im Auto-

<sup>1</sup> BARTSCH: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1917, S. 276.

<sup>2</sup> ESCH, W. u. R. NITSCHÉ: Kunstharze und andere Plastische Massen 8 (1938) S. 249.

klav vom Kunstharz befreit werden. An die Druckerhitzung wird eine Nachbehandlung mit einem siedenden Gemisch von 1 Teil Alkohol und 3 Teilen Benzol sowie eine Extraktion mit Äther angeschlossen. Von W. PAUL<sup>1</sup> wird zur Auflösung der Bakelit-Imprägnierung eine Extraktion mit einem Gemisch von 1 Teil Salpetersäure (1,48) und 5 Teilen Aceton (Siedepunkt 56°) unter Rückfluß verwendet. Das entharzte Papier wird mit reinem Aceton nachgewaschen und getrocknet. Bei der Untersuchung des vom Imprägniermittel befreiten Papiers muß jedoch berücksichtigt werden, daß durch die Einwirkung des Naphthols als auch der Salpetersäure ein Aufschluß der verholzten Faseranteile zu Zellstoff eintreten kann.

Zur Entfernung von gehärteten *Harnstoff-* bzw. *Thioharnstoff-* Kunstharz-Imprägnierungen wird ebenfalls von PAUL<sup>1</sup> eine Methode angegeben. Das Verfahren besteht in einer Behandlung des Versuchsmaterials mit 30%igem Wasserstoffsuperoxyd bei normaler oder erhöhter Temperatur, wobei die Behandlungsdauer bis zur vollständigen Auflösung des Imprägniermittels je nach Dicke des Materials  $\frac{1}{2}$  bis 14 h beträgt.

**Herstellung der Präparate.** Für die mikroskopische Prüfung wird ein Klümpchen des in der angegebenen Weise vorbereiteten Papierstoffes, etwa in der Größe eines Streichholzkopfes, entnommen und nach Bedarf durch Auflegen auf eine poröse Tonplatte oder durch Absaugen mit hartem Filterpapier von dem mechanisch anhaftenden Wasser befreit. Die Beseitigung des Wassers ist bei Anwendung mancher Lösungen notwendig, weil sonst die Färbung nicht in der nötigen Tiefe auftritt. Bei der Herstellung von Präparaten für Schätzungen ist es erforderlich, stets mit möglichst gleichen Stoffmengen zu arbeiten, um nicht durch verschiedene Dichte der Präparate beeinflusst zu werden.

Das ausgedrückte Brei Klümpchen bringt man auf einen Objektträger, fügt 2 bis 3 Tropfen der anzuwendenden Lösung (s. S. 36 ff.) hinzu und verteilt die Fasern möglichst gleichmäßig mit Hilfe zweier Präpariernadeln, die am besten aus Platin oder säurebeständigem Stahl bestehen, da andere Materialien von Jodlösungen stark angegriffen werden. Bei der Herrichtung des Präparates legt man den Objektträger über eine weiße Unterlage, da sich die Fasern auf diese Weise am besten vom Untergrund abheben. Abb. 39 zeigt eine Vorrichtung, wie sie zu diesem Zwecke angewendet wird. Das Präparat wird nun mit einem Deckglas bedeckt. Man verfährt dabei so, daß man das zwischen zwei Fingern der linken Hand gehaltene Gläschen vorsichtig mit der einen Kante in der Nähe des Flüssigkeitsrandes schräg aufsetzt, mit der in der rechten Hand

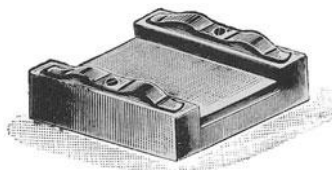


Abb. 39. Präparierbrücke.

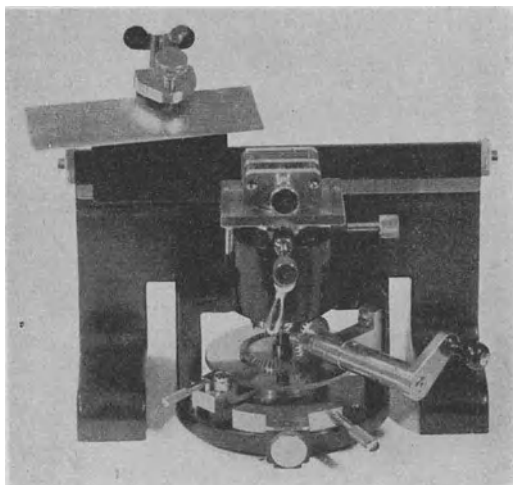


Abb. 40. Mikrotom der Firma R. Jung, Heidelberg.

<sup>1</sup> PAUL, W.: *Kunststoffe* 29 (1939) S. 278.

gehaltenen Präpariernadel unterstützt und langsam heruntersinken läßt. Auf diese Weise wird Störung der Faserverteilung und Bildung von Luftblasen vermieden. Hierauf wird mit scharfgeschnittenen Stücken eines harten Fließpapiers von zwei gegenüberliegenden Rändern des Deckgläschens aus die überschüssige Lösung abgesaugt. Ein zu weitgehendes Absaugen ist zu vermeiden, da sonst störende Luftblasen entstehen.

Bei der Untersuchung von Rohfasern, Hölzern sowie bei Sonderuntersuchungen von Papieren kommt es vor, daß man *Dünnschnitte* herstellen muß. Hierzu eignet sich ein Schlittenmikrotom in der in Abb. 40 wiedergegebenen Form.

Das Objekt wird in den Objekthalter eingespannt; die Grobeinstellung für die Schnitt-dicke erfolgt durch Drehen einer Kurbel, die Feineinstellung mittels Mikrometerschraube. Das auf dem Schlitten befestigte Messer wird von Hand aus bewegt. Mit dem Apparat lassen sich Schnitte bis zu  $\frac{1}{1000}$  mm Dicke ausführen. Nach jedem Schnitt hebt sich das Objekt automatisch um die eingestellte Schnitt-dicke, so daß sich eine größere Anzahl Schnitte gleicher Dicke in kürzester Zeit herstellen lassen.

## 2. Unterscheidung der Faserarten mit Hilfe färbender Lösungen.

Durch Anwendung färbender Lösungen verschiedener Art gelingt es, die Papierfasern in drei Gruppen (verholzte Fasern, Zellstoffe, Lumpenfasern) zu trennen, die das Auge leicht durch ihre verschiedene Färbung unterscheiden kann. Innerhalb dieser Gruppen wiederum klare Unterschiede durch Färbung hervorzurufen, ist bisher nur in beschränktem Maße gelungen. Eine sichere Kenntnis des Baues der Fasern bleibt daher ein unbedingtes Erfordernis zu ihrer Erkennung.

### a) Trennung nach Gruppen.

Als färbende Lösungen kommen vorzugsweise Jodlösungen von nachstehend angegebener Zusammensetzung in Betracht:

#### 1. Jod-Jodkaliumlösung:

Wasser . . . .	20 cm <sup>3</sup>	Jod . . . .	1,15 g
Jodkalium . . .	2,00 g	Glyzerin . . .	2 cm <sup>3</sup>

#### 2. Chlorzinkjodlösung<sup>1</sup>:

Man stelle zunächst die folgenden beiden Lösungen her:

<i>Lösung A:</i>	<i>Lösung B:</i>
20 g trockenes Zinkchlorid, 10 g Wasser.	2,1 g Jodkalium, 0,1 g Jod, 5 g Wasser.

Man vermische dann A und B, lasse den entstandenen Niederschlag sich absetzen und gieße die überstehende klare Lösung ab; in diese bringt man ein Blättchen Jod.

#### 3. Kalziumchlorid-Jodlösung nach SUTERMEISTER<sup>2</sup>:

<i>Lösung A:</i>	<i>Lösung B:</i>
1,3 g Jod, 1,8 g Jodkalium, 100 g Wasser.	Kalziumchloridlösung, gesättigt klar.

Das Präperat wird auf dem Objektträger zunächst 1 min mit A behandelt. Nach Entfernung der überschüssigen Lösung mit Filterpapier werden einige Tropfen B hinzugefügt.

Statt der getrennten Anwendung zweier Lösungen schlägt GRAFF<sup>3</sup> folgende Mischung vor: 5 cm<sup>3</sup> der Lösung A werden mit 45 cm<sup>3</sup> einer Lösung von 100 g CaCl<sub>2</sub> · 6 H<sub>2</sub>O in 150 cm<sup>3</sup> Wasser gut durchmischt; dann wird ein Blättchen Jod hinzugegeben.

<sup>1</sup> Die Lösung ist fertig von der Firma Louis Schopper in Leipzig zu beziehen.

<sup>2</sup> SUTERMEISTER: Chem. of Pulp and Paper Making, S. 390. New York 1920.

<sup>3</sup> GRAFF: Paper Trade J. Bd. 100 (1935) Nr. 16, S. 46 und Paper Trade J. Bd. 108 (1939) Nr. 23, S. 34 (T 401 m 39 Techn. Assoc. of the Pulp and Pap. Ind.).

Nach den Erfahrungen des Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem ist jedoch das ursprüngliche Verfahren dem abgeänderten vorzuziehen.

Von den unter 1 bis 3 genannten Lösungen ist die Chlorzinkjodlösung am gebräuchlichsten, da sie im allgemeinen die drei Fasergruppen am besten trennt; die SUTERMEISTER-Lösung differenziert jedoch in besonderen Fällen einige Faserarten besser<sup>1</sup> (vgl. S. 39).

Auf genaue Innehaltung der Mengenverhältnisse der Bestandteile ist bei allen drei Lösungen zu achten, da schon geringe Abweichungen die Wirkung beeinträchtigen. Die Lösungen, die vor Licht zu schützen sind, füllt man zum Gebrauch am vorteilhaftesten in braune Pipettenflaschen.

Die Art der Färbung der für die Papierfabrikation hauptsächlich in Frage kommenden Fasern bei Anwendung der Lösungen ist aus nachstehender Zusammenstellung ersichtlich.

Fasern		Färbung in		
		Jod-Jodkaliumlösung <sup>2</sup>	Chlorzinkjodlösung <sup>3</sup>	Kalziumchlorid-Jodlösung
Gruppe I (verholzte Fasern)	Holzschliff; rohe Jute; nicht ganz aufgeschlossene Zellstoffe	teils leuchtend gelbbraun, teils gelb, je nach Schichtendicke und Verholungsgrad	zitronengelb bis dunkelgelb	Holzschliff: gelb
	Strohstoff	teils gelbbraun, teils gelb, teils grau	teils gelb, teils blau, teils blauviolett	Jute; Manilahanf; Sulfitzellstoff ungebleicht noch teilweise verholzt
Gruppe II (Zellstoffe)	Holzzellstoff und Adansonia	grau bis braun	blau bis rotviolett	völlig aufgeschlossener oder gebleichter Sulfitzellstoff
	Stroh- und Jutezellstoff	grau	blau- bis blauviolett	Gebleichter Stroh-, Esparto- und Natronzellstoff von Laubhölzern
	Esparto	teils grau, teils braun	teils blau, teils weinrot	
	Manilahanf	teils grau, teils braun, teils gelbbraun	blau; blauviolett; rotviolett; schmutziggelb; grünlichgelb	dunkelblau
Gruppe III (Lumpenfasern)	Leinen; Hanf; Baumwolle; Ramie	schwach- bis dunkelbraun, dünne Lamellen fast farblos	schwach bis stark weinrot <sup>4</sup>	rot oder bräunlich rot

Von weiteren Vorschlägen zur Trennung von Faserarten durch färbende Reagenzien wird noch auf folgende verwiesen:

<sup>1</sup> KORN: Zellstoff u. Papier 7 (1927) S. 196; Wbl. Papierfabr. 58 (1927) S. 446; Papierfabrikant 25 (1927) S. 246.

<sup>2</sup> Vgl. Tafel XXXIII.

<sup>3</sup> Vgl. Tafel XXXIV.

<sup>4</sup> Erscheinen die Lumpenfasern bläulich, so ist die Jodlösung zu stark und muß vorsichtig mit Wasser verdünnt werden, bis sich die Fasern rot färben. Werden die Zellstofffasern nicht blau, sondern rötlich gefärbt, so ist die Lösung zu schwach; sie kann meist durch geringen Zusatz von Zinkchlorid brauchbar gemacht werden; gelingt dies nicht, so ist die Lösung neu anzufertigen.



Lösung nach JENKE<sup>1</sup>:

50 cm<sup>3</sup> gesättigte Chlormagnesiumlösung, 2,5 cm<sup>3</sup> Jod-Jodkaliumlösung (2 g KJ, 1,15 g J, 20 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O). Hierin erscheinen:

Lumpen . . . . .	braun,
Strohzellstoff . . . . .	blauviolett,
Holz Zellstoff . . . . .	ungefärbt bis schwach rötlich,
Holzschliff, rohe Jute . . . . .	gelb.

Lösung nach SELLEGER<sup>2</sup>:

100 g Kalziumnitrat (trocken), 90 g Wasser, 3 cm<sup>3</sup> einer Lösung von 1 g Jod + 5 g Jodkalium in 50 g Wasser.

Es werden nach Angabe von SELLEGER angefärbt:

Lumpen . . . . .	weinrot,
Nadelholz Zellstoff ungebleicht . . . . .	hellzitronengelb,
Nadelholz Zellstoff gebleicht . . . . .	rosa mit violetterm Stich,
Stroh- und Laubholz Zellstoff . . . . .	blau,
Holzschliff . . . . .	gelb.

## b) Sonderunterscheidungen.

**α) Unterscheidung von Nadel- und Laubholzschliff in Gemischen.** Nach KLEMM<sup>3</sup> wird der in der üblichen Weise zum Mikroskopieren vorbereitete Stoff mit einer gesättigten Lösung von Anilinsulfat und einer Methylenblaulösung von 1 : 1000 nacheinander oder auch in einem Lösungsgemisch behandelt. Der Überschuß der Lösungen wird mit Filtrierpapier abgesaugt und das Präparat in Glycerin eingebettet. Die durch Anilinsulfat entstandene Gelbfärbung wird bei Nadelholzschliff kaum verändert, während Laubholzschliff das Methylenblau stark speichert, so daß eine blaugüne Tönung entsteht.

**β) Trennung von alkalisch aufgeschlossenem Stroh-, Esparto- und Laubholz Zellstoff von Nadelholz Zellstoff.** Nach dem Natron- bzw. Sulfatverfahren aufgeschlossene Stroh-, Esparto- und Laubholz Zellstoffe lassen sich von Nadelholz Zellstoff in der ursprünglich von ALEXANDER<sup>4</sup> vorgeschlagenen, jedoch vereinfachten Weise wie folgt trennen: Das von dem anhaftenden Wasser befreite Faserklümpchen wird auf dem Objektträger in drei Tropfen einer Kalziumnitratlösung (100 g Kalziumnitrat in 50 cm<sup>3</sup> dest. Wasser) gut verrührt. Darauf wird ein Tropfen Chlorzinkjodlösung hinzugefügt, das Ganze sorgfältig gemischt und ein größeres Deckgläschen aufgedeckt. Durch diese Behandlung werden Nadelholz Zellstoffe rötlich, Stroh-, Esparto- und alkalisch aufgeschlossene Laubholz Zellstoffe hingegen blau angefärbt. Eine ähnliche Unterscheidung wird auch bei Benutzung der SELLEGER-Lösung (siehe oben) erreicht. Sind Laubholz Zellstoff und Stroh Zellstoff gleichzeitig vertreten, so bietet die Mengenschätzung der beiden Faserarten Schwierigkeiten, da Unterschiede in der Färbung nicht auftreten und oft eine große Ähnlichkeit in der Struktur der Fasern vorhanden ist. Es empfiehlt sich deshalb, in diesem Falle den Anteil beider Faserstoffe gemeinsam zu schätzen und anzugeben.

**γ) Trennung gebleichten Jute Zellstoffes von Hadern.** Mit Chlorzinkjod nimmt gebleichter Jute Zellstoff mitunter eine ähnlich weinrote Färbung an wie Hadern, so daß eine Verwechslung damit nicht ausgeschlossen ist. Sicher ist

<sup>1</sup> JENKE: Papierztg. **25** (1900) S. 2867.

<sup>2</sup> SELLEGER: Papierfabrikant **1** (1903) Monatsausgabe S. 425 und Wochenausgabe S. 537.

<sup>3</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. **58** (1927) Nr. 24 A, S. 96.

<sup>4</sup> ALEXANDER: Paper Magazine of the Paper-Industry Bd. 33 (1924) S. 138. Ursprünglich war das Verfahren nach ALEXANDER zur Unterscheidung von Natron- und Sulfitzellstoff bestimmt; hierfür hat es sich jedoch nicht bewährt; vgl. KORN: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1926, H. 2; Zellstoff u. Papier **5** (1925) S. 473; Papierfabrikant **23** (1925) S. 781; Wbl. Papierfabr. **56** (1925) S. 1417.

jedoch eine Trennung durch Verwendung der SUTERMEISTER-Lösung (S. 36), mit der sich gebleichter Jutezellstoff bläulich, Hadern bräunlichrot anfärben.

Auch zur Hervorhebung von *Schäben* hat sich die SUTERMEISTER-Lösung bestens bewährt.

**f) Unterscheidung von Baumwolle und Holzzellstoff in Pergamentpapier.**

Bei solchen Pergamentpapieren, die aus Baumwolle und Holzzellstoff hergestellt sind, empfiehlt WISBAR<sup>1</sup> auch eine *Chlorzinnjodlösung*<sup>2</sup> zu benutzen. Die Pergamentierung hat zur Folge, daß die Baumwolle mit Chlorzinkjod (auch selbst in einer mit Wasser verdünnten Lösung) einen mehr bläulichen Farbton annimmt, wodurch der Unterschied zwischen Baumwolle und Holzzellstoff verwischt wird. Außerdem färben sich die durch die Pergamentierung entstandenen Amyloidfetzen intensiv blau und lassen das mikroskopische Bild schmutzig erscheinen. Klarere Bilder erhält man beim Präparieren mit Chlorzinnjod. Mit dieser Lösung färben sich die Lumpenfasern rosa, die Zellstofffasern blau, wobei die Blaufärbung stellenweise besonders stark auftritt, so daß die Fasern ein scheckiges Aussehen bekommen.

**ε) Unterscheidung von Sulfit- und Natronzellstoff.**

**1. Unterscheidung bei ungebleichten Stoffen.** Methode nach LOFTON und MERRITT. Im ungebleichten Zustand lassen sich Sulfit- und Natronzellstoff im Papier auf einfache und sichere Weise nach dem Verfahren von LOFTON und MERRITT<sup>3</sup> durch Anfärben mit einem Gemisch von Fuchsin und Malachitgrün nachweisen. Das Gemisch wird hergestellt aus:

2 Vol. einer wäßrigen Fuchsinlösung . . . . .	1 : 100
1 Vol. einer wäßrigen Malachitgrünlösung . . . . .	2 : 100

Die Lösung bleibt etwa 8 Tage wirksam, dann muß sie wieder erneuert werden.

Der in gewöhnlicher Weise vorbereitete Faserbrei wird auf dem Objektträger vom anhaftenden Wasser befreit und 2 min in einigen Tropfen des Farbstoffgemisches zerzupft und durcheinandergerührt. Dann wird die überschüssige Farbstofflösung abgesaugt, das Präparat 10 bis 30 s mit 3 bis 4 Tropfen verdünnter Salzsäure (1 cm<sup>3</sup> konzentrierte Salzsäure auf 1 Liter Wasser) behandelt und schließlich mit Wasser ausgewaschen. Im Mikroskop erscheinen dann Sulfitzellstofffasern purpurrot, Fasern des Natronzellstoffes blau mit schwächerem oder stärkerem Rotstich.

Abgeänderte Methode nach LOFTON und MERRITT. Im Materialprüfungsamt wird die Methode in einer von WISBAR<sup>4</sup> abgeänderten Form angewendet, bei der das Färben unter Verwendung der gleichen Farbstoffmischung wie bei der Originalmethode, jedoch unter Verdünnung und gleichzeitigem Zusatz von Salzsäure im Reagensglas ausgeführt wird.

4,4 cm<sup>3</sup> der 1%igen Fuchsinlösung und 2,2 cm<sup>3</sup> der 2%igen Malachitgrünlösung werden mit 20 cm<sup>3</sup> einer 0,5%igen Salzsäure versetzt und mit Wasser auf 100 cm<sup>3</sup> aufgefüllt. (Die 0,5%ige Salzsäure wird durch Verdünnen von 1,34 g einer 37%igen Salzsäure auf 100 cm<sup>3</sup> erhalten.) Für die Fuchsinlösung ist *Pulverfuchsin* zu verwenden. Das Gemisch ist öfters zu erneuern und vor Gebrauch gut durchzuschütteln.

<sup>1</sup> WISBAR: Jodlösungen in der Papiermikroskopie. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1920, H. 4 u. 5, S. 316.

<sup>2</sup> 0,1 g Jod und 0,5 g Jodkalium werden in wenig destilliertem Wasser gelöst und mit Zinnchlorid von 50° Bé auf 10 cm<sup>3</sup> aufgefüllt.

<sup>3</sup> LOFTON u. MERRITT: Tests for unbleached Sulphite and Sulphat Fibres. Paper Makers Month. J. Bd. 51 (1921) Nr. 2. (Referat von WISBAR in den Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1922, H. 6, S. 299.)

<sup>4</sup> WISBAR: Die mikroskopische Unterscheidung von ungebleichtem Natron- und Sulfitzellstoff nach LOFTON und MERRITT. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt. Berlin-Dahlem 1922, H. 6, S. 299.

Ein Klümpchen des Papierbreies wird zwischen den Fingern ausgedrückt, 1 bis 2 min in 5 bis 10 cm<sup>3</sup> der Farbstofflösung gekocht, auf dem Sieb abgesehen, ausgewaschen und darauf zum Mikroskopieren benutzt. Die Färbung des Sulfitstoffes ist nach dieser Behandlung rotviolett, die des Natronstoffes grünlichblau (vgl. Tafel XXXV). Mit zunehmendem Aufschlußgrad des Zellstoffes nimmt die Färbung ab (vgl. S. 47). Bei wenig angefärbten Fasern gibt jedoch die sog. *Augenbildung* einen Hinweis für eine sichere Unterscheidung. Unter „Augenbildung“ versteht man die zuerst von P. KLEMM<sup>1</sup> beobachtete intensive Anfärbung des mittleren Teiles der Schließhaut der Hofporen mit basischen Farbstoffen. Da sie ausschließlich bei *ungebleichtem Sulfitzellstoff* auftritt, bei Natronstoffen also nicht, ist bei der Prüfung auf diese Erscheinung besonderer Wert zu legen.

*Holzschliff* zeigt bei beiden Verfahren die gleiche Färbung wie Natronzellstoff. Es ist deshalb angebracht, sich über einen etwaigen Holzschliffgehalt vorher durch mikroskopische Betrachtung des mit Chlorzinkjod oder nach B. SCHULZE (vgl. S. 49) behandelten Faserbreies zu unterrichten und den Holzschliff gesondert zu schätzen.

Beim Vergleich der beiden Verfahren durch KORN<sup>2</sup> hat sich ergeben, daß bei Anwendung der Originalmethode die Rotfärbung des Sulfitstoffes intensiver als die Blaufärbung des Natronstoffes ist; dies kann leicht zu einer Überschätzung des Sulfitzellstoffes führen. Die Färbungen, die bei der nach WISBAR abgeänderten Form des Verfahrens entstehen, eignen sich für die Abschätzung des mikroskopischen Bildes besser.

**2. Unterscheidung bei gebleichten Stoffen.** Sind die genannten Zellstoffe in *gebleichtem* Zustand im Papier vorhanden, so lassen sie sich schwerer und nicht immer mit Sicherheit unterscheiden. Die vorbeschriebene Methode nach LOFTON-MERRITT versagt hier, da sich gebleichte Fasern mit dem Farbgemisch nicht anfärben.

a) Unterscheidung durch sekundäre Fluoreszenz. NOSS und SADLER<sup>3</sup> haben versucht, diese Trennung durch sekundäre Fluoreszenz nach Anfärbung des Präparates mit Rhodamin 6 GD extra herbeizuführen. Im Materialprüfungsamt ist das Verfahren von B. SCHULZE und E. GOETHEL<sup>4</sup> nachgeprüft worden. Die Versuchsausführung ist folgende:

Ein Flöckchen des Faserbreies wird auf einem Objektträger aus Quarz in einige Tropfen einer 0,05%igen Lösung von Rhodamin 6 GD gebracht und gleichmäßig verteilt. Nach 2 min Einwirkungsdauer werden die Fasern mit Filtrierpapier möglichst vollständig von der anhaftenden Farbstofflösung befreit. Unter dem Fluoreszenzmikroskop leuchten dann die Fasern im Dunkelfeld auf schwarzem Untergrund in folgenden Farben auf<sup>5</sup>:

- gebleichter Sulfitzellstoff — meist grüngelb, einzelne Fasern blaßrosa;
- gebleichter Natronzellstoff — meist zart weinrot, einzelne Fasern grüngelb.

SCHULZE und GOETHEL kommen zu dem Ergebnis, daß sich gebleichter Sulfitzellstoff aus einem Nadelholzzellstoffgemisch durch die sekundäre Fluoreszenz heraushebt und schätzen läßt unter der Voraussetzung, daß ungebleichter Sulfitzellstoff nicht vorhanden ist, weil dieser bei im allgemeinen rötlicher Fluoreszenz Übergangerscheinungen zeigt. Ferner wird darauf hingewiesen, daß die Fluoreszenzfarben bei den einzelnen Faserstoffen nicht einheitlich auftreten.

Diese Umstände erschweren die Schätzung oder machen sie in manchen Fällen unmöglich. Man muß sich deshalb, wenn das Papier gebleichte Stoffe enthält, meist mit der

<sup>1</sup> KLEMM, P.: Wbl. Papierfabr. **48** (1917) S. 2159.

<sup>2</sup> KORN: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1926, H. 2; Zellstoff u. Papier **5** (1925) S. 473; Papierfabrikant **23** (1925) S. 781; Wbl. Papierfabr. **56** (1926) S. 1417.

<sup>3</sup> NOSS u. SADLER: Papierfabrikant **31** (1933) S. 413.

<sup>4</sup> SCHULZE, B. u. E. GOETHEL: Zellstoff u. Papier **14** (1934) S. 93; Papierfabrikant **32** (1934) S. 110; Wbl. Papierfabr. **65** (1934) S. 111.

<sup>5</sup> NOSS und SADLER benutzen als Objektträger und Deckglas Uviolglas und geben bei Betrachtung des Präparates im durch- und auffallenden Licht folgende Fluoreszenzfarben an:

- gebleichter Sulfitzellstoff — leuchtend hellgelb;
- gebleichter Natronzellstoff — orangerot.

Entscheidung begnügen, ob es sich um Sulfit- oder Natronzellstoff oder um ein Gemisch von beiden handelt. Zur Unterstützung dieser Feststellung dienen die folgenden zuerst von P. KLEMM<sup>1</sup> gemachten Beobachtungen.

b) Unterscheidung auf Grund morphologischer Merkmale. Schon mit Chlorzinkjod hergestellte Präparate lassen Unterschiede zwischen Sulfit- und Natronzellstoffen erkennen, und zwar sowohl an den Fasern als auch an den Markstrahlzellen.

Die *Fasern* zeigen beim Sulfitzellstoff in den meisten Fällen dunkelblaue netzförmig verlaufende Adern auf hellblauem Grunde. Abb. 41 zeigt diese

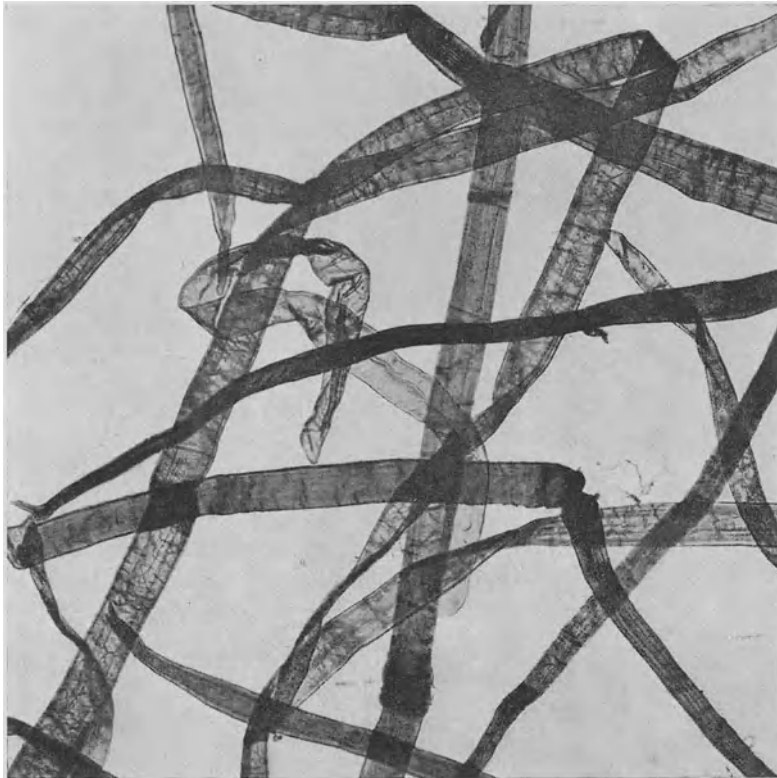


Abb. 41. Netzförmige Äderung auf Sulfitzellstofffasern.

Äderung, die allerdings nicht bei allen Fasern vorherrscht und nicht immer scharf ausgeprägt ist; andererseits kommen auch, wenn auch selten, Natronzellstofffasern vor, die netzförmige Zeichnung zeigen.

Die *Markstrahlzellen* enthalten bei Sulfitzellstoff noch Inhaltsreste, die sich mit Chlorzinkjod gelb färben; bei Natronzellstoff sind derartige Reste nicht mehr vorhanden. Es handelt sich hierbei um Harz- und Fettbestandteile, die bei der sauren Aufschließung durch Sulfitlauge erhalten bleiben, bei der alkalischen Kochung jedoch aufgelöst werden. Sie bilden entweder ein Haufwerk von Kügelchen verschiedener Größe oder Ketten von Perlen oder endlich langgestreckte abgerundete Pfropfen und Klumpen bis zum Durchmesser der Zellen, die manchmal durch Stränge miteinander verbunden sind und den größten Teil des Innenraums der Zellen ausfüllen. Diese Zellinhaltsreste bleiben auch in

<sup>1</sup> KLEMM, P.: Wbl. Papierfabr. 48 (1917) S. 2159.

gebleichten Sulfitstoffen noch erhalten. Bei Natron- und Sulfitzellstoffen sind die Markstrahlzellen regelmäßig frei von derartigen Inhaltsresten.

Deutlicher noch als mit Chlorzinkjod färben sich die Reste mit der von KLEMM vorgeschlagenen *Sudanlösung*.

Man löst Sudan III bis zur Sättigung in einem Gemisch von 3 Teilen Alkohol und einem Teil Wasser. Zwei Teile dieser gesättigten Lösung, mit einem Teil Glycerin versetzt, ergeben die gebrauchsfertige Lösung.

Man tut gut, die Fasern beim Präparieren erst in Wasser zu zerteilen, da die alkoholische Farblösung während des Präparierens auf dem Objektträger stark auseinanderläuft. Das Wasser wird wieder abgesaugt, ein Tropfen der Sudanlösung hinzugesetzt und dann sofort das Deckgläschen aufgelegt. Der Markstrahlzellinhalt färbt sich hierbei rot, zuweilen allerdings nur blaßrot.

Zur Erreichung *dunkler* Farbtöne schlagen NOLL und HAHN<sup>1</sup> die Anwendung von *Sudanorange RR*, *Indophenol* und *Sudanschwarz B<sup>2</sup>* vor, womit sich das Harz der Markstrahlzellen rot, blau bzw. schwarz anfärbt.

Zur Herstellung der Reagenzlösungen werden 0,1 g der Farbstoffe in 50 cm<sup>3</sup> eines Gemisches von 20 cm<sup>3</sup> 96%igem Alkohol, 20 cm<sup>3</sup> Glycerin (31° Bé) und 10 cm<sup>3</sup> Wasser eingebracht; das Gemisch wird unter Umschwenken zum eben beginnenden Sieden erhitzt. Nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur werden die Lösungen filtriert. Sie sind zwecks Vermeidung von Ausscheidungen nicht zu kühl aufzubewahren, nötigenfalls nochmals zu filtrieren. Vor dem Einbetten des Präparates in die Lösung ist das anhaftende Wasser mit Filtrierpapier sorgfältig abzusaugen, damit eine Ausfällung des Farbstoffes verhütet wird.

Die Unterscheidung zwischen gebleichten Sulfit- und Natronzellstoffen auf Grund des Markstrahl-Zellinhaltes hat sich auch bei den bisher im Materialprüfungsamt untersuchten *Edelzellstoffen* als stichhaltig erwiesen, sowohl bei heiß als auch bei kalt veredelten Stoffen. Es kann deshalb angenommen werden; daß der Inhalt der Markstrahlzellen von Sulfitzellstoffen durch die alkalische Nachbehandlung nicht zur Lösung gebracht wird. Die netzförmige Zeichnung der Sulfitzellstofffasern nach Einbettung in Chlorzinkjod tritt jedoch bei veredelten Stoffen nicht immer in Erscheinung, vor allem dann nicht, wenn sich die Fasern mit diesem Reagens sehr dunkel anfärben. Dies ist in auffallender Weise bei *kalt* veredelten *Natronzellstoffen* der Fall, deren Fasern außerdem nach Beobachtungen von JAYME und PFRETZSCHNER<sup>3</sup> einen stark gequollenen und geschrumpften Eindruck machen. Treten solche Erscheinungen bei der Prüfung auf, so kann man mit großer Wahrscheinlichkeit auf einen kalt veredelten Natronzellstoff schließen. Im übrigen ist der Nachweis von veredelten Zellstoffen in Papier ein noch ungelöstes Problem.

Eine Übersicht über die vorerwähnten morphologischen Merkmale zur Kennzeichnung von Sulfit- und Natronzellstoffen gibt die folgende Zusammenstellung.

Morphologische Unterscheidungsmerkmale zwischen Sulfit- und Natronzellstoff in Papier.

Sulfitzellstoff	ungebleicht	Meist netzförmige Zeichnung der Fasern bei Behandlung mit Chlorzinkjod. Markstrahlzellen mit anfärbbarem Inhalt	Augenbildung in den Höfporen bei Behandlung mit basischen Farbstoffen
	gebleicht		keine Augenbildung
Natronzellstoff (gebleicht und ungebleicht)		Im allgemeinen keine netzförmige Zeichnung der Fasern. Keine Augenbildung. Markstrahlzellen ohne Inhalt.	

<sup>1</sup> NOLL u. HAHN: Papierfabrikant **34** (1936) S. 193.

<sup>2</sup> Zu beziehen von der I.G. Farbenindustrie AG., Indophenol auch von Durand & Huguenin AG., Basel, und E. Merck, Darmstadt.

<sup>3</sup> JAYME u. PFRETZSCHNER: Über die Kennzeichnung von Zellstoffen. Papierfabrikant **37** (1939) S. 109.

### §) Unterscheidung von gebleichtem und ungebleichtem Zellstoff in Papier.

Die Unterscheidung von gebleichten und ungebleichten Zellstoffen in Papier stützt sich auf die Tatsache, daß ungebleichte Zellstoffe noch Lignin enthalten, während gebleichte praktisch ligninfrei sind. Deshalb sind die zur Beurteilung des Aufschlußgrades beschriebenen Verfahren (S. 46) auch zu dieser Unterscheidung mit verwendet worden. Sie bieten jedoch nicht in allen Fällen Gewähr für eine sichere Unterscheidung oder erschweren die mikroskopische Schätzung der Anteile an gebleichten und ungebleichten Fasern dadurch, daß die gebleichten ungefärbt bleiben.

Von den bisher vorgeschlagenen Methoden hat sich im Materialprüfungsamt die von BRIGHT entwickelte am besten bewährt.

#### 1. Verfahren nach BRIGHT<sup>1</sup>.

*Lösung A:* 2,7 g Ferrichlorid ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) auf 100 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser.

*Lösung B:* 3,29 g Ferricyankalium ( $\text{K}_3\text{Fe}[\text{CN}]_6$ ) auf 100 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser.

*Lösung C:* 3 g eines substantiven, nicht mit Natriumcarbonat behandelten Farbstoffes (Dupont Purpurine 4B)<sup>2</sup> auf 500 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser.

Alle Lösungen sollen kalt angesetzt, die Lösungen A und B filtriert und in Flaschen mit Glasstopfen bei einer 20° nicht übersteigenden Temperatur aufbewahrt werden. Lösung C ist vor Gebrauch frisch herzustellen. Ferner sind noch zwei Bechergläser oder Färbeküvetten erforderlich, in die die Objektträger an Klammern befestigt eingehängt werden können.

*Ausführung.* Eine kleine Menge des Faserbreies wird in 2 Tropfen Wasser auf dem Objektträger gut zerfasert und bei etwa 60° getrocknet, so daß die Fasern am Objektträger haften. Danach werden je 10 cm<sup>3</sup> von A und B in der einen Küvette gemischt, in die andere 10 cm<sup>3</sup> der Lösung C gegeben und die Küvetten in ein Wasserbad von 20° gesetzt. Der Objektträger mit den angetrockneten Fasern wird durch Eintauchen in destilliertes Wasser angefeuchtet und in die Küvette mit der Mischung A und B eingehängt, wo er 20 min verbleibt. Darauf wird durch 6maliges Eintauchen des Objektträgers in destilliertes Wasser gewaschen, das Wasser erneuert und in gleicher Weise nochmals gewaschen. Nach erfolgter Trocknung wird der gesamte Prozeß unter Verwendung der Lösung C wiederholt. Zum Schluß wird das wieder getrocknete Präparat in Kanadabalsam eingebettet.

Gebleichte Zellstoffe sind dann *rot*, ungebleichte *blau* gefärbt (vgl. Tafel XXXVI). Diese Anfärbung kommt dadurch zustande, daß die in den ungebleichten Zellstoffen enthaltenen Ligninreste das Ferriferricyanid<sup>3</sup> zu Berliner Blau reduzieren, während die gebleichten ligninfreien Fasern zunächst ungefärbt bleiben und erst bei der Nachbehandlung mit dem substantiven Farbstoff die rote Färbung annehmen.

Die Farbenintensität der ungebleichten Stoffe verringert sich mit abnehmendem Ligningehalt. Bei sehr *weichen* Sulfitstoffen treten auch Übergangsfarben von Blau zu Bläßrot auf. Ähnliche Übergangsfarben sind auch bei *halbgebleichten harten* Stoffen zu beobachten, da sie im Ligningehalt den weichen ungebleichten nahe kommen. In solchen Fällen ist die *Augenbildung* (S. 40) von ausschlaggebender Bedeutung, da nur *ungebleichte* Sulfitstoffe diese Erscheinung zeigen, und zwar insbesondere die weichen. In Zweifelsfällen ist es ratsam, die LOFTON-MERRITT-Methode mit heranzuziehen, bei der die Augenbildung besonders kräftig hervortritt.

<sup>1</sup> BRIGHT: Paper Testing Methods, S. 20. New York 1928.

<sup>2</sup> Im Materialprüfungsamt wird Benzopurpurin 4B extra, sodafrei, verwendet.

<sup>3</sup> Ferriferricyanid entsteht beim Zusammenfüßen der Lösungen A und B.

Ist in dem zu prüfenden Papier *Holzschliff* enthalten, so ist er nach den hierfür in Betracht kommenden Verfahren (S. 49) getrennt zu schätzen, da er sich in gleicher Weise anfärbt wie ungebleichter Zellstoff.

Da die BRIGHT-Methode ziemlich umständlich und zeitraubend ist, sind mehrere *Abänderungsvorschläge* gemacht worden:

a) FILZ<sup>1</sup> behält die Lösungen A und B der Originalmethode bei, benutzt aber an Stelle der bei jedem Gebrauch zu erneuernden wäßrigen Farbstofflösung eine 5%ige alkoholische, die unbegrenzt haltbar ist. Der Farbstoff wird 5 min in 50%igem Alkohol geschüttelt; dann läßt man absetzen und dekantiert. Das Anfärben findet nicht in Küvetten, sondern direkt auf dem Objektträger statt. Das Trocknen der Präparate vor und nach dem Anfärben fällt weg, das Auswaschen wird vereinfacht.

*Ausführung.* Zu dem auf dem Objektträger befindlichen, vom anhaftenden Wasser befreiten Präparat wird 1 Tropfen einer Mischung von gleichen Teilen der Lösungen A und B gegeben und nach 1 bis 2 min wieder abgesaugt. Dann wird mit 1 Tropfen Wasser gewaschen, abgesaugt und 1 Tropfen der Lösung C aufgebracht. Nach 1 bis 2 min wird der Überschuß der Farbstofflösung abgesaugt und das Präparat nochmals mit 1 Tropfen Wasser gewaschen.

b) KANTROWITZ und SIMMONS<sup>2</sup> benutzen die gleichen Lösungen wie FILZ, doch wird die alkoholische Lösung C bei der Herstellung erwärmt, bis aller Farbstoff gelöst ist<sup>3</sup>. Das Auswaschen vor der Behandlung mit Lösung C fällt weg.

*Ausführung.* Der Faserbrei wird auf den Objektträger genommen und die Flüssigkeit abgesaugt. Darauf werden 2 bis 3 Tropfen der Lösung A aufgebracht und hinterher die gleiche Anzahl von B. Die Fasern werden umgerührt; nach 1 min wird die Flüssigkeit abgesaugt. Dann werden 2 bis 3 Tropfen von Lösung C aufgebracht. Hierin bleiben die Fasern etwa 2 min und werden dann nach Absaugen der Lösung zweimal mit destilliertem Wasser gewaschen.

Die Nachprüfung der beiden abgeänderten Methoden im Materialprüfungsamt durch KORN und PIETRZYK<sup>4</sup> ergab folgendes: Die alkoholische Lösung C hat außer der Haltbarkeit noch den Vorteil, daß das Rot der gebleichten Fasern leuchtender ausfällt als bei Benutzung der wäßrigen Lösung. Die vorgeschlagenen Abkürzungen der Originalmethode bringen jedoch eine Verschiebung der Faseranfärbung in der Richtung mit sich, daß bereits bei *ungebleichten harten* Stoffen Übergangsfarben zu Rot auftauchen und *ungebleichte weiche Stoffe* fast rein rosa anfärbt sind.

Bei weiteren Untersuchungen hat sich herausgestellt, daß die Einwirkungsdauer des Lösungsgemisches von A und B nicht abgekürzt werden darf, wenn die Färbung der Originalmethode erhalten bleiben soll, wohl aber die der Lösung C bei geringerer Konzentration. Vereinfachen läßt sich das Verfahren dadurch, daß die Vorbehandlung mit dem Lösungsgemisch von A und B im Reagensglas an einem etwas größeren Teil des Faserbreies vorgenommen wird. Bei der Herstellung mehrerer Präparate kann dann hiervon mehrmals entnommen werden, und auf den Objektträger erfolgt nur noch die Anfärbung mit Lösung C.

c) Abgeänderte BRIGHT-Methode des Materialprüfungsamtes.

*Lösungen.* A und B der Originalmethode. Beide Lösungen sind von Zeit zu Zeit neu herzustellen. C: 0,125 g Benzopurpurin 4B extra werden in 100 cm<sup>3</sup> 50%igem Alkohol bei mäßiger Wärme gelöst; bei auftretender Trübung nach längerem Stehen ist die Lösung neu zu erwärmen.

*Ausführung.* Ein Teil der in gewöhnlicher Weise aufgelösten Papierprobe wird durch Ausdrücken zwischen den Fingern vom anhaftenden Wasser befreit, in einem Reagensglas mit einem Gemisch von je 10 cm<sup>3</sup> der Lösungen A und B

<sup>1</sup> FILZ: Paper Trade J. 91 (1930) Nr. 16, S. 49; 98 (1934) Nr. 10, S. 46.

<sup>2</sup> KANTROWITZ u. SIMMONS: Paper Trade J. 98 (1934) Nr. 10, S. 46.

<sup>3</sup> Ist die Lösung nach längerem Aufbewahren trüb geworden, muß sie von neuem erwärmt werden.

<sup>4</sup> KORN u. PIETRZYK: noch unveröffentlicht.

übergossen und die Fasersuspension gut durchgeschüttelt. Nach 20 min siebt man die Fasern auf einem 5000-Maschensieb ab und wäscht aus, bis das Wasser klar abzulaufen beginnt. Die zum Präparieren benötigte Fasermenge wird dann auf einer Tonplatte oder durch Ausdrücken auf einem mit Löschpapier unterlegten feinen Sieb entwässert und auf den Objektträger gebracht. Dann werden 3 bis 4 Tropfen der Lösung C hinzugegeben und die Fasern mit den Präpariernadeln verteilt. Nach 2 min wird der Überschuß der Lösung abgesaugt, das Präparat mit 2 Tropfen Wasser gewaschen und nach nochmaligem Absaugen in einige Tropfen Wasser eingebettet und das Deckglas aufgelegt. Für länger aufzubewahrende Präparate empfiehlt sich Einbetten in Kanadabalsam nach vorherigem Trocknen der Fasern.

Die Unterschiede in der Färbung zwischen gebleichten und ungebleichten Zellstoffen sind dann praktisch die gleichen wie bei der Originalmethode, das Verfahren erfordert jedoch nur etwa die halbe Zeit.

**2. Verfahren nach KLEMM.** Für eine gleichzeitige Trennung von Holzschliff, ungebleichtem und gebleichtem Zellstoff empfiehlt KLEMM<sup>1</sup> eine Vorbehandlung des Präparates mit Anilinsulfat und eine Nachbehandlung mit Methylenblau. Es sollen sich dann Holzschliff gelb und ungebleichter Zellstoff intensiv blau anfärben, während gründlich ausgebleichter Zellstoff farblos bleibt.

**3. Verfahren nach NOLL.** Den gleichen Weg wie KLEMM schlägt NOLL<sup>2</sup> ein unter Verwendung eines Gemisches von folgender Zusammensetzung:

- 25 cm<sup>3</sup> Methylglykol,
- 25 cm<sup>3</sup> Glycerin 31° Bé,
- 25 cm<sup>3</sup> einer 4%igen wäßrigen Anilinsulfatlösung,
- 0,1 g Methylenblau medizinisch-chemisch rein, zinkfrei.

Der Farbstoff wird in dem vorgenannten Gemisch unter Erwärmung und Umschütteln gelöst. Kochen ist zu vermeiden. Nach dem Erkalten wird die Lösung filtriert.

*Ausführung.* Die in 1%iger Natronlauge zerfaserte und darauf ausgewaschene Papierprobe soll zur völligen Entleimung mit Alkohol-Aceton 1 : 1 ausgekocht, gewaschen, mit Essigsäure abgesäuert und nochmals gewaschen werden. Dann ist das Pröbchen gut abzutrocknen und in einem Tropfen der Reagenslösung zu präparieren. Die Anfärbung ist die gleiche wie bei dem Verfahren nach KLEMM.

Nach den Verfahren von KLEMM und von NOLL lassen sich neben dem durch eine grüngelbliche Färbung hervortretenden Holzschliff nur harte ungebleichte Zellstoffe von vollgebleichten deutlich unterscheiden. Bei Zellstoffen anderen Aufschluß- oder Bleichgrades treten alle Abstufungen zwischen gefärbt und ungefärbt auf, so daß ein Urteil, ob es sich um gebleichten oder ungebleichten Stoff handelt, bei Sulfittstoffen nur noch auf Grund der Augenbildung, bei Natronstoffen meist nicht mehr möglich ist. Ist gebleichter Stoff neben ungebleichtem nur in geringen Mengen vorhanden, so besteht die Gefahr, daß er, weil ungefärbt, völlig übersehen wird. Schließlich gibt das starke Zurücktretreten von ungefärbten Fasern gegenüber gefärbten Anlaß zu Fehlschlüssen bei der Schätzung.

Außer den genannten sind noch einige weitere Verfahren<sup>3</sup> zur Unterscheidung von gebleichtem und ungebleichtem Zellstoff vorgeschlagen worden, auf die jedoch nicht näher

<sup>1</sup> KLEMM: Papierfabrikant **33** (1935) S. 366.

<sup>2</sup> NOLL: Papierfabrikant **36** (1938) S. 133. Merkbl. 21 des Ver. d. Zellst.- u. Pap.-Chem. u. -Ing.

<sup>3</sup> Verfahren nach SINGER: Behandlung mit Malachitgrün und Jodlösungen. Papierfabrikant **35** (1937) S. 23. — Verfahren nach BOAST: Behandlung mit Eisen-Eisencyanidlösung nach BRIGHT und mit einer mit Jodkalium versetzten Kalziumnitratlösung. Chemist-Analyst **26** (1937) Nr. 2, S. 30. Ref. Zellstoff u. Papier **18** (1938) S. 214.



eingegangen werden soll, da sie ebenfalls in der Zuverlässigkeit hinter der BRIGHT-Methode zurückstehen.

**Arbeitsweise bei der Untersuchung von Pergamentpapier.** Echte Pergamentpapiere lassen sich nur nach Vorbehandlung mit Kaliumpermanganat in einen Faserbrei verwandeln (S. 34). Da hiermit ein Bleichen der Fasern verbunden ist, muß der Nachweis von ungebleichtem Zellstoff an unbehandelten Fasern bzw. Faserbruchstücken geführt werden, die man durch Schaben des Papiers mit einem Messer erhält. Eine qualitative Bestimmung ist auf diese Weise mit Hilfe der BRIGHT-Methode sichergestellt, quantitative Angaben sind jedoch nicht oder nur in weiten Grenzen möglich.

### c) Beurteilung des Aufschlußgrades von Zellstoffen in Papier.

Ungebleichte Zellstoffe enthalten je nach Aufschlußgrad noch etwa 1 bis 9% Lignin. Durch den Bleichprozeß werden die Ligninreste der bleichfähigen Stoffe fast gänzlich entfernt, so daß vollgebleichte Zellstoffe im allgemeinen praktisch ligninfrei sind.

Während der Aufschlußgrad bzw. der Ligningehalt am unverarbeiteten Zellstoff durch chemische Verfahren zahlenmäßig genau bestimmt werden kann (vgl. S. 370f.), ist dies beim Papier nicht möglich, es sei denn, daß es sich um ein Papier von einheitlichem Zellstoff ohne Zusatz anderer Faserstoffe handelt. Anderenfalls muß man sich unter Zuhilfenahme mikroskopischer Färbemethoden mit einem allgemeinen Urteil begnügen, das man jedoch durch Vergleich mit Zellstoffen bekannten Ligningehaltes weitgehend eingrenzen kann (vgl. die Übersicht auf S. 47).

1. *Anfärbung mit Jodlösungen.* Schon beim Mikroskopieren unter Verwendung von Jodlösungen fallen ligninreiche Zellstoffe durch Übergangsfarben von Blau zu Gelb auf. Feinere Unterschiede im Aufschlußgrad sind jedoch bei dieser Anfärbung nicht zu erkennen.

2. *Anfärbung mit Malachitgrün.* KLEMM<sup>1</sup> beurteilt den Aufschlußgrad von Zellstoffen nach dem Farbton und der Stärke der Färbung mit Malachitgrün in essigsaurer Lösung. (Der Farbstoff wird in Wasser mit 2% Essigsäure bis zur Sättigung gelöst.) Das Reagens ist für mikroskopische Präparate und, wenn Zellstoff als solcher vorliegt, auch makroskopisch anwendbar. Je ligninfreier ein Zellstoff ist, um so weniger färbt er sich. Vollgebleichte Stoffe färben sich fast gar nicht, halbgebleichte himmelblau, ungebleichte stark grün.

3. *Anfärbung mit Malachitgrün und Kongorot.* Die von BEHRENS<sup>2</sup> für die Unterscheidung von Gewebefasern vorgeschlagene Doppelfärbung mit Malachitgrün und Kongorot wird bei der Prüfung von Papier wie folgt ausgeführt:

Der Faserbrei wird mit der 15- bis 20fachen Menge einer etwa 1/2%igen Lösung von Malachitgrün in Wasser, die mit einigen Tropfen Essigsäure angesäuert ist, einige Minuten erwärmt, dann, nachdem er gut durchgeschüttelt worden ist, auf ein Sieb gebracht und ausgewaschen, bis das Waschwasser fast farblos abläuft. Darauf wird der Stoff in gleicher Weise mit einer 15 bis 20fachen Menge wäßriger, etwa 1/2%iger Kongorotlösung, zu der man einige Körnchen Soda fügt, gefärbt und ausgewaschen. Aus dem so behandelten Stoff werden geringe Mengen entnommen und in Wasser oder in einem Wasser-Glyzerin-Gemisch präpariert.

Stark verholzte Fasern erscheinen im mikroskopischen Bilde deutlich grün gefärbt, weniger verholzte bläulichgrün bis hellgrün und ligninfreie Fasern rot.

4. *Anfärbung mit einem Gemisch von Malachitgrün und Fuchsin nach LOFTON-MERRITT.* Im Staatl. Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem sind von B. SCHULZE<sup>3</sup>

<sup>1</sup> KLEMM: Papierkunde 1923, S. 250.

<sup>2</sup> BEHRENS, H.: Mikrochemische Analyse 1896, S. 52.

<sup>3</sup> SCHULZE, B.: Zellstoff u. Papier 16 (1936) S. 1641 u. 17 (1937) S. 18. — Wbl. Papierfabr. 67 (1936) S. 856 u. 68 (1937) S. 7. — Papierfabrikant 35 (1937) S. 25 u. 37. — Jber. Ver. Zellst.- u. Pap.-Chem. u. -Ing. 1936, S. 100.

Mikroskopische Bestimmung des Aufschlußgrades ungebleichter  
Sulfitzellstoffe durch Anfärbung nach LOFTON-MERRITT.

Nr.	Ligningehalt in % nach Fak-Merk- blatt <sup>1</sup> Nr. 3	Härtestufen nach Fak-Merkblatt Nr. 1	Härte- grad	Bezeichnung durch den Hersteller	Anfärbung nach LOFTON-MERRITT
1	7,65	sehr hart (extra hart) (7—9% Lignin)	III <sub>3</sub>	sehr hart ROSCHIER-Zahl etwa 23	sehr kräftig violett. Herbst- holzfasern fast schwarz. Au- genbildung und starkes Her- vortreten der Hofbegrenzung
2	6,45	hart (6—7% Lignin)	III <sub>2</sub>	hart ROSCHIER-Zahl 40	kräftig violett, sonst wie 1, Augenbildung
3	3,50	normal (3—4% Lignin)	II <sub>2</sub>	mittelfest ROSCHIER-Zahl 68	kräftig rotviolett. Herbstholz- fasern schwarzviolett, Au- genbildung; einzelne Fasern schon etwas blasser rotviolett
4	1,90	weich (1,5—2% Lignin)	I <sub>2</sub>	weich ROSCHIER-Zahl 140	blaß rotviolett. Herbstholz- fasern dunkelviolett und zum Teil auch schwarzviolett. Augenbildung
5	1,79	weich (1,5—2% Lignin)	I <sub>2</sub>	weich ROSCHIER-Zahl 205	blaß rotviolett. Herbstholz- fasern dunkelviolett Hervor- treten der Augenbildung
6	1,76	weich (1,5—2% Lignin)	I <sub>2</sub>	besonders weich ROSCHIER-Zahl etwa 260 RITTER-KELLNER-Stoff	blaß rotviolett. Herbstholz- fasern rotviolett und dunkel- violett. Hervortreten der Augenbildung
7	1,50	weich bis sehr weich (1,5% Lignin)	I <sub>1</sub> —I <sub>2</sub>	Chlorzahl 6,03 RITTER-KELLNER-Stoff	blaß rotviolett, weniger vio- lette und fast gar keine dun- kelvioletten Fasern. Her- vortreten der Augenbildung
8	1,39	sehr weich (extra weich) (1—1,5% Lignin)	I <sub>1</sub>	Chlorzahl 4,96 RITTER-KELLNER-Stoff	wie 7 aber etwas blasser
9	1,20	sehr weich (extra weich) (1—1,5% Lignin)	I <sub>1</sub>	Chlorzahl 4,61 RITTER-KELLNER-Stoff	sehr blaß rotviolett. Herbst- holzfasern violett. Hervor- treten der Augenbildung

die Verfahren nach KLEMM und nach BEHRENS an einer größeren Reihe von Zellstoffen bekannten Ligningehaltes überprüft und im Vergleich dazu unter anderem auch die auf S. 39 beschriebene LOFTON-MERRITT-Methode mit herangezogen worden. Dabei hat sich ergeben, daß dieses Verfahren die beste Möglichkeit für die mikroskopische Bestimmung des Aufschlußgrades insbesondere von *ungebleichten* Sulfitzellstoffen bietet. Wie aus der obenstehenden Übersicht hervorgeht, wird die Beurteilung des Aufschlußgrades nach Farbton und Farbtintensität bei blaß gefärbten Fasern durch stärkeres Hervortreten der Augenbildung unterstützt. Das Verfahren nach LOFTON-MERRITT sowie das nach KLEMM haben sich außerdem als geeignet erwiesen, um an entsprechend gefärbten Zellstoffblättern den Aufschlußgrad *makroskopisch* zu beurteilen, da Färbungen in einer dem Ligningehalt der Zellstoffe entsprechenden Abstufung erhalten

<sup>1</sup> Merkblatt Nr. 3 der Faserstoff-Analysenkommission des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure.

wurden<sup>1</sup>. Die Anfärbung nach BEHRENS hingegen hat weder bei der mikroskopischen, noch bei der makroskopischen Prüfung zu befriedigenden Ergebnissen geführt; das gleiche gilt für die von GRAFF<sup>2</sup> empfohlene Anfärbung mit Gentianaviolett.

### 3. Mikroskopische Bestimmung der Mengenverhältnisse der Fasern.

Allgemeines. Die quantitative Ermittlung der Stoffzusammensetzung von Papier erfolgt grundsätzlich auf mikroskopischem Wege; makroskopische oder chemische Bestimmungen kommen, wie weiter unten gezeigt wird, nur für einige wenige Faserarten bzw. Fasergruppen in Betracht.

Die Auswertung des mikroskopischen Bildes kann auf zweierlei Weise geschehen, entweder durch *Schätzen* oder durch *Auszählen* der Fasern getrennt nach Faserarten.

#### a) Schätzung.

Von den beiden genannten Verfahren ist die Schätzung das einfachere, erfordert jedoch viel Übung und Erfahrung, die sich der Anfänger durch Vergleich mit Stoffmischungen bekannter Zusammensetzung aneignen muß. Aber auch der geübte Mikroskopiker wird gut tun, zu seiner eigenen Kontrolle auf solche Vergleichsproben (vgl. S. 51), die auch in verschiedenen Mahlzuständen vorhanden sein sollten, des öfteren zurückzugreifen.

Da die Verteilung verschiedener Stoffe im Papier nie vollkommen ist, muß schon beim Vorbereiten der Probe zum Mikroskopieren für eine möglichst gute Durchmischung gesorgt werden. Um die auch dann noch vorhandenen Schwankungen in der Stoffverteilung zum Ausgleich zu bringen, sind bei der Schätzung eine größere Anzahl Gesichtsfelder von mehreren Präparaten heranzuziehen. Bei der Herstellung der Präparate nehme man, soweit wie möglich, immer gleich viel Material, breite dies auf eine stets gleich große Fläche des Objektträgers aus und betrachte das Bild immer mit denselben Vergrößerungen, beim Schätzen der Gruppen mit einer schwächeren, beim Schätzen von Faserarten der gleichen Gruppe mit einer stärkeren.

Die Anteile der verschiedenen Faserarten sind grundsätzlich in Prozenten, bezogen auf die Gesamtfasermenge, abgerundet auf 5% anzugeben<sup>3</sup>. Von großem Wert ist es, wenn die Schätzungen von mehreren Beobachtern vorgenommen

<sup>1</sup> Je 3 g Stoff werden  $\frac{1}{2}$  min unter Rühren in 150 cm<sup>3</sup> der jeweiligen Farblösung gekocht, abgeseiht, auf dem Sieb mit 100 cm<sup>3</sup> Wasser ausgewaschen, abgedrückt, danach in ein Becherglas mit 200 cm<sup>3</sup> Wasser eingetragen und 1 min gerührt, darauf abgeseiht, ausgedrückt, erneut in 200 cm<sup>3</sup> Wasser aufgeschwemmt und so in den Blattbildungsapparat „Rapid Köthen“ eingetragen und auf 8 Liter verdünnt. Nach erfolgter Blattbildung wird 10 s trocken gesaugt. Abgautschen mit zwei Löschblättern und einer Walze. Abziehen vom Sieb. Unter der Presse 1 min bei etwa 40 kg/cm<sup>2</sup> zwischen Filzen pressen. Auf den Trockenzylinder bei 1 atü Dampfspannung 4 min trocknen.

<sup>2</sup> GRAFF: Paper Trade J. Bd. 99 (1934) Nr. 1, S. 31.

<sup>3</sup> Sollen die Faseranteile in Prozenten, bezogen auf das *Papiergewicht* angegeben werden, so führt nachstehende Formel zu Näherungswerten:

$$F_1 = \frac{(100 - A) \cdot F}{100};$$

hierbei bedeuten:  $A$  = Aschengehalt des Papiers in Prozenten;  $F$  = Faseranteil in Prozenten, bezogen auf das Gewicht des Fasermaterials (mikroskopischer Befund);  $F_1$  = Faseranteil in Prozenten, bezogen auf das Gewicht des Papiers. Unberücksichtigt bleibt bei dieser Berechnung der Gehalt des Papiers an Leim- und Farbstoffen, ferner daß manche Füllstoffe einen Glühverlust erleiden und daß in der Asche auch mineralische Bestandteile der Fasern enthalten sind. Wollte man die hierdurch entstehenden Fehler vermeiden, so wäre eine genaue chemische Untersuchung des Papiers erforderlich, ohne daß man jedoch eine absolute Genauigkeit erreichen würde, da  $F$  einen durch Schätzung gewonnenen Annäherungswert darstellt.

und aus den Ergebnissen die Mittel gebildet werden. Um einen hohen Genauigkeitsgrad bei der Schätzung zu erreichen, ist es erforderlich, daß die abzuschätzenden Faserarten möglichst gleich intensiv angefärbt sind, anderenfalls werden die schwächer angefärbten meist unterschätzt.

Besonders ungünstig liegen diese Verhältnisse bei der *Holzschliff*schätzung, wenn zur Anfärbung des Präparates Chlorzinkjod verwendet wird, weil die hierbei auftretende Gelbfärbung des Holzschliffes in ganz kurzer Zeit verblaßt oder einen schmutzigen grünlichen Ton annimmt. Eine Verbesserung der Färbung wird nach WISBAR<sup>1</sup> erzielt durch Präparieren mit anderen, den Holzschliff in der gewünschten Weise färbenden jodreicheren Lösungen und Überfärben mit Chlorzinkjod. Als solche Lösungen können dienen Chlorzinnjod, Chloraluminiumjod oder Chlorkalziumjod, die ebenso wie Chlorzinkjod in der Botanik als Cellulosereagenzien vorgeschlagen worden sind. Auch Chlorquecksilberjod sowie die in der Papiermikroskopie benutzte Jod-Jodkaliumlösung, letztere in der Verdünnung mit Wasser von 1 auf 4 Volumen, sind zur Verbesserung der Holzschliffärbung geeignet.

Man befeuchtet das Faserklümpchen auf dem Objektträger zunächst mit verdünntem Glycerin, bringt einen Tropfen einer der genannten Lösungen, z. B. der Jod-Jodkaliumlösung hinzu, saugt ihn nach kurzer Einwirkung mit Löschpapier wieder ab, läßt nun einen Tropfen Chlorzinkjodlösung einwirken und bedeckt das Präparat mit dem Deckgläschen.

Die Färbung entspricht ungefähr derjenigen mit Chlorzinkjod allein, d. h. man erhält auch hier die bekannten drei Gruppen. Das Gelb der verholzten Fasern ist aber dunkler als das mit Chlorzinkjod allein und außerdem beständiger.

Zu dem gleichen Zweck empfiehlt KLEMM<sup>2</sup> eine Vorbehandlung mit Anilinsulfat, dessen Überschuß vor der Anfärbung mit Chlorzinkjod abgesaugt wird.

Eine besonders günstige und längere Zeit beständige Anfärbung wird bei der von B. SCHULZE<sup>3</sup> im Materialprüfungsamt eingeführten Methode unter Verwendung der beiden substantiven Farbstoffe *Brillantkongoblau 2 RW* und *Baumwollbraun N* erreicht<sup>4</sup>.

Je 1 g der genannten Farbstoffe wird unter Erwärmung auf dem Wasserbade in 70 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser gelöst. Die beiden Farbstofflösungen werden getrennt aufbewahrt und erst bei Bedarf mit einer 6%igen Lösung von kristallisiertem Natriumsulfat im Verhältnis 1 : 1 : 1 gemischt.

*Ausführung.* Ein etwa erbsengroßes, lockeres Klümpchen des in der üblichen Weise gewonnenen Papierbreies wird im Reagenzglas mit 6 bis 8 cm<sup>3</sup> des Farbstoffgemisches bedeckt und etwa 30 s über einem Bunsenbrenner gekocht. Mittels eines Siebes von mindestens 900 Maschen je cm<sup>3</sup> wird das Fasermaterial von der Farblösung getrennt, darauf in das Reagenzglas zurückgebracht und mit Wasser durchgeschüttelt. Bei erneuter Abscheidung auf dem Sieb ist das Fasermaterial genügend ausgewaschen und dient nun zur Anfertigung der Präparate in folgender Weise: Auf die Mitte eines gut gereinigten Objektträgers werden zwei Tropfen Leitungswasser gebracht und darin eine kleine Probe des Faserbreies möglichst gleichmäßig mit Hilfe zweier Nadeln verteilt. Darauf wird vorsichtig vom Rand her mit hartem Fließpapier abgesaugt und das Präparat in einem Trockenschrank bei etwa 60° getrocknet. Nach dem Aufbringen eines Tropfens Kanadabalsams wird das Deckgläschen aufgelegt und gelinde angedrückt.

Bei der Betrachtung im Mikroskop, am besten unter Verwendung eines Kondensors, zeigen Zellstofffasern ein leuchtendes Blau, das schwach nach Violett

<sup>1</sup> WISBAR: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1920, S. 316.

<sup>2</sup> KLEMM: Papierfabrikant **33** (1935) S. 366.

<sup>3</sup> SCHULZE, B.: Papierfabrikant **30** (1932) S. 65. — Wbl. Papierfabr. **62** (1931) S. 1218. — Papierztg. **56** (1931) S. 2250.

<sup>4</sup> Zu beziehen durch die I.G. Farbenindustrie AG.

abweicht, Holzschliff erscheint kastanienbraun (vgl. Tafel XXXVII). Lumpenfasern färben sich in gleicher Weise an wie Zellstoff; sie sind, wenn sie ausnahmsweise in holzschliffhaltigen Papieren anwesend sind, unter Verwendung von Chlorzinkjod getrennt zu schätzen.

Die in oben beschriebener Weise angefärbten Präparate liefern ein klareres Bild als bei Behandlung mit Chlorzinkjodlösung; etwaige Überlagerungen werden nicht zugedeckt, sondern bleiben durchsichtig, Fibrillen von Schliff oder Zellstoff werden je nach ihrer Herkunft eindeutig angefärbt.

#### b) Zählmethode.

In Amerika sind verschiedene Zählmethoden in Vorschlag gebracht worden<sup>1</sup>, aus denen sich die nachstehende Standardmethode der Technical Association of the Pulp and Paper Industry<sup>2</sup> entwickelt hat.

*Ausrüstung.* Das Mikroskop soll mit einem Kreuztisch ausgerüstet sein, das Okular mit einem Bezugspunkt, der durch Einlegen eines mit einem Fadenzkreuz oder Tintenpunkt versehenen runden Deckgläschens erhalten wird. Auf den  $1 \times 3$  Zoll großen Objektträgern sind 1 Zoll vom linken und rechten Ende entfernt Linien mit einer Stahlfeder und einer Aluminium-Seifenlösung<sup>3</sup> zu ziehen, so daß drei Felder von je 1 Quadratzoll entstehen. Dementsprechend sollen die Deckgläser ebenfalls 1 Quadratzoll groß sein. Ferner werden noch benötigt eine Heizplatte, die sich auf 50 bis 60° erwärmen läßt und eine Pipette von 10 cm Länge und 6 mm innerem Durchmesser, die am oberen Ende mit einem Gummiball, am unteren mit einer Skala versehen ist, um 0,5 cm<sup>3</sup> abmessen zu können.

*Ausführung.* Von der vorher abgewogenen und in gewöhnlicher Weise zerfaserten Papierprobe wird durch Auffüllen mit destilliertem Wasser eine etwa 0,05 %ige Suspension hergestellt. Nach guter Durchmischung wird die Pipette bis in die Mitte der Suspension eingetaucht, ein Teil der Mischung entnommen und 0,5 cm<sup>3</sup> auf jede der beiden durch Linien abgegrenzten Felder des Objektträgers gebracht. Hierauf legt man den Objektträger auf die Heizplatte, läßt einen Teil des Wassers verdampfen, verteilt die Fasern mit den Präpariernadeln gleichmäßig über die ganze Fläche der Felder und läßt die Fasern trocknen. Nach dem Erkalten wird das Präparat mit der jeweilig erforderlichen Lösung angefärbt. Hierauf erfolgt die Auszählung der Fasern getrennt nach Faserarten bei 100facher Vergrößerung, wobei der auf dem Kreuztisch befindliche Objektträger in einem Abstand von 5 mm 5mal parallel zu den Längskanten bewegt wird. Man beginnt bei 2,5 mm Entfernung von einer der Längskanten. Jede Faser wird ohne Rücksicht auf ihre Länge so oft gezählt als sie den Bezugspunkt des Okulars passiert. Bei Faserbündeln oder Splittern von Holzschliff wird die Anzahl der Einzelfasern, aus denen sie bestehen, ermittelt und in Anrechnung gebracht. Die beiden Felder des Objektträgers sind getrennt auszuführen, wobei je 200 bis 300 Fasern erfaßt werden sollen. Weichen die Ergebnisse der beiden Felder nicht mehr als 5% voneinander ab, kann die Zählung abgeschlossen werden; anderenfalls zählt man auf einem weiteren Objektträger noch ein drittes Feld aus und mittelt die

<sup>1</sup> GRAFF: Paper Trade J. Bd. 101 (1935) Nr. 2, S. 36. — American Society for Testing Materials: A.S.T.M. Designation: D 272—34, Standardmethode zur Bestimmung der Faserstoffzusammensetzung von Dachpappen.

<sup>2</sup> Revised tentative standard T 401 m—39. — Paper Trade J. Bd. 108 (1939) Nr. 23, S. 31.

<sup>3</sup> *Herstellung der Lösung.* 15 g Seifenschnitzel werden in 600 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser gelöst, und 10 g Aluminiumsulfat hinzugefügt. Dann wird geschüttelt, bis sich eine wachsähnliche Masse von Al-Stearat gebildet hat, die sich mit einem Glasstab herausheben läßt. Sie ist 24 h in einem Exsikkator zu trocknen und in einer gut verschlossenen Flasche aufzubewahren. Von dem so hergestellten Stearat werden 0,7 g mit 50 cm<sup>3</sup> Benzol in eine Flasche mit Glasstopfen gebracht und täglich bis zur vollständigen Lösung durchgeschüttelt (Dauer etwa 10 Tage).

drei Ergebnisse. Um aus der Anzahl der Fasern auf Gewichtsmengen schließen zu können, sind die für die einzelnen Faserarten gefundenen Zahlen mit einem entsprechenden Faktor zu multiplizieren. Die Faktoren sind folgende:

Holzschliff . . . . .	1,3	Nadelholzzellstoff . . . . .	0,9
Lumpen . . . . .	1,0	Laubholzzellstoff . . . . .	0,6

Die Ergebnisse werden in Prozenten abgerundet auf 5% angegeben. Anteile von weniger als 2,5% sind als Spuren zu bezeichnen.

#### Genauigkeit der Ergebnisse beim Schätzen und Zählen.

Von beiden Verfahren, sowohl von der Schätzung als auch von der Zählmethode können keine absolut genauen, sondern nur Annäherungswerte erwartet werden. Der Grad der Genauigkeit ist beim Schätzen vor allem von der Übung und Erfahrung des Versuchsausführenden, bei der Zählmethode vom Unterschied im Mahlgrad der vorhandenen Faserarten abhängig; darüber hinaus bei beiden Verfahren von der Unterscheidungsmöglichkeit der Faserarten. So ist es z. B. erheblich schwieriger, den Gehalt an verschiedenen Hadernfasern anzugeben, die sich nur durch ihre Struktur und wenn fibrilliert, fast nicht mehr unterscheiden lassen, als festzustellen, wieviel Zellstoff neben Hadern vorhanden ist.

### 4. Vergleichsproben.

Die Bestimmung von selten vorkommenden und solchen Faserarten, die sich in der Struktur nur wenig voneinander unterscheiden, wird wesentlich erleichtert, wenn man Proben der verschiedenen Stoffe zum Vergleich zur Hand hat. Es ist deshalb jedem Papiermikroskopiker zu empfehlen, sich eine Sammlung von Vergleichsproben anzulegen.

Da die durch Behandlung mit Jodlösungen hervorgerufenen Anfärbungen in den zur Herstellung von Dauerpräparaten benutzten Einschlußmitteln nicht haltbar sind<sup>1</sup>, ist es ratsam auf Dauerpräparate zu verzichten und dafür die Stoffe in Breiform in gut verschließbaren Flaschen unter Alkohol aufzubewahren, um im Bedarfsfalle hiervon Proben für die Vergleichspräparate entnehmen zu können.

Für die Schätzung der Mengenanteile der verschiedenen im Papier enthaltenen Faserarten sind Vergleichsproben bekannter Stoffzusammensetzung erforderlich. Zu ihrer Herstellung werden bestimmte Mengen (in Abstufungen von 5 oder 10%) der in Betracht kommenden Faserstoffe in einem Versuchsholländer einige Stunden gemischt und nach Bedarf gemahlen. Die Aufbewahrung der Proben erfolgt ebenfalls unter Alkohol.

Voraussetzung für die Brauchbarkeit von Vergleichsproben ist die Benutzung von nur einwandfrei reinem Material, das keine unbeabsichtigten Beimengungen enthält.

## IV. Makroskopische Bestimmung verholzter Fasern.

### a) Qualitativer Nachweis.

Handelt es sich nur um die Feststellung, ob ein Papier verholzte Fasern enthält, so führt die makroskopische Bestimmung schneller zum Ziele als die mikroskopische. Es gibt eine große Anzahl von Reagenzien, die mit verholzten Fasern charakteristische Färbungen geben<sup>2</sup>, von denen hier nur die in der Papierprüfung gebräuchlichsten genannt werden sollen.

<sup>1</sup> Mehr Aussicht auf Haltbarkeit bieten Anfärbungen mit Farbstoffen (vgl. S. 49). Um solche Präparate längere Zeit aufheben zu können, werden die gefärbten Fasern in Kanadabalsam eingebettet und das gelinde angedrückte Deckglas nach dem Erstarren des Balsams mit Maskenlack III der Firma Dr. Grübler u. Co., Leipzig C 1 umrandet.

<sup>2</sup> Siehe E. HÄGGLUND: Holzchemie, 2. Aufl., S. 126 ff. Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft 1939.

1. *Phloroglucin-Reaktion*. Diese von HÖHNEL<sup>1</sup> entdeckte und von WIESNER<sup>2</sup> in die Pflanzenanatomie eingeführte Reaktion für verholzte Zellen ist wohl die empfindlichste von allen und zugleich sehr farbenprächtig. Man löst 1 g Phloroglucin in 50 cm<sup>3</sup> Alkohol und fügt etwa 25 cm<sup>3</sup> konzentrierte Salzsäure hinzu; es entsteht eine schwach gelb gefärbte Flüssigkeit, welche sich allmählich durch den Einfluß von Luft und Licht zersetzt; man tut daher gut, nicht größere Mengen der fertigen Lösung herzustellen, vielmehr die Salzsäure erst kurz vor dem Gebrauch der alkoholischen Lösung hinzuzufügen, da eine frisch bereitete Lösung schneller und schärfer wirkt als eine schon in Zersetzung übergegangene. Die Lösung färbt holzhaltiges Papier rot.

Man lasse bei der Untersuchung auf verholzte Fasern mit Phloroglucin nicht außer acht, daß es gewisse Farbstoffe gibt, welche sich, wie das in der Papierfabrikation vielfach verwendete Metanilgelb, unter dem Einfluß von Säure ebenfalls rot färben und daher zu der Annahme führen können, man hätte es mit verholzten Fasern zu tun. Die Art und Weise des Auftretens der Reaktion ist aber anders als beim Holzschliff. Bringt man Phloroglucin und Salzsäure auf holzschliffhaltiges Papier, so entsteht ganz allmählich eine an Tiefe zunehmende Rotfärbung, wobei einzelne dickere Fasern besonders hervortreten und durch ihre dunklere Färbung auffallen. Ist indessen kein Holzschliff vorhanden, zum Tönen oder Färben aber Metanilgelb benutzt worden, so entsteht der Fleck ziemlich plötzlich; das Papier erscheint gleichmäßig gefärbt, und es sind keine einzelnen Fasern durch besonders hervortretende Färbung sichtbar; der Fleck verblaßt in wenigen Minuten und umgibt sich mit einem violetten Hof, während Holzschliffflecke erst nach längerer Zeit und ganz allmählich ohne Hofbildung verblassen. Sollten trotzdem noch Zweifel auftauchen, so befeuchte man das zu untersuchende Papier mit verdünnter Salzsäure allein; entsteht auch jetzt die Rotfärbung, so rührt die Reaktion von einem Farbstoff her, entsteht sie nicht, so handelt es sich um verholzte Fasern.

2. *Reaktion mit schwefelsaurem Anilin*. Man löst etwa 0,5 g schwefelsaures Anilin in 50 g destilliertem Wasser und fügt einen Tropfen Schwefelsäure hinzu; das Salz löst sich bei einigem Umschütteln ziemlich leicht, und man erhält eine klare, farblose Flüssigkeit, die jedoch nicht lichtbeständig ist, sondern sich ziemlich leicht zersetzt, wobei sie eine violette Färbung annimmt; trotzdem reagiert sie auch während der Zersetzung noch auf Holzschliff. Die Lösung färbt holzschliffhaltiges Papier hellgelb.

3. *WUSTERS Reaktion mit Dimethyl-paraphenylendiamin*<sup>3</sup>. Das Reagens gelangt entweder in Lösung oder in Form von Filtrierpapier, das mit der Lösung getränkt ist, zur Anwendung; der Kürze wegen bezeichnet der Entdecker die Mittel mit Di-Lösung und Di-Papier. Bei Anwendung der Lösung bringt man diese durch Auftropfen oder mit Hilfe eines Pinsels auf das zu untersuchende Papier. Bei Gegenwart von verholzten Fasern entsteht nach einiger Zeit ein orangeroter Fleck. Dieser Fleck wird mit Wasser befeuchtet und erscheint dann karmesinrot. Verwendet man statt der Lösung das Papier, so benetzt man es vor dem Versuch mit einigen Tropfen Wasser, faltet es einmal zusammen und bringt es unter Druck zwischen das zusammengelegte zu prüfende Papier. Ist letzteres von dem Reagenspapier befeuchtet, so wird diese Stelle mit Wasser benetzt, und es entsteht dann ebenfalls eine karmesinrote Färbung. — Die WURSTERSche Reaktion wird nur selten angewendet.

**Prüfung gefärbter Papiere.** Die makroskopische Prüfung mit den genannten Reagenzien kann aber nur bei ungefärbten oder sehr schwach gefärbten Papieren angewendet werden. Bei stark gefärbten Proben, namentlich bei dunklen Farbtönen, tritt die Färbung des Holzschliffes nicht oder nicht deutlich

<sup>1</sup> Sitzgsber. k. Akad. Wiss. **76** (1877) S. 528 u. 663.

<sup>2</sup> Sitzgsber. k. Akad. Wiss. **77** (1878) S. 60.

<sup>3</sup> WURSTER, C.: Die neuen Reagenzien auf Holzschliff und verholzte Pflanzenteile, 1900. — RENKER: Papierfabrikant **8** (1910) Festheft S. 39.

genug hervor. In solchen Fällen greift man zum Mikroskop, da das Entfärben des Papiers auf chemischem Wege, vorausgesetzt, daß es überhaupt zum Ziele führt, meist mühsamer ist als die mikroskopische Feststellung des Holzschliffes.

Bei der Entfernung von Farbstoffen durch Auskochen mit Wasser oder Natronlauge ist noch folgendes zu beachten: Wird unvollkommen aufgeschlossener Zellstoff mit Natronlauge kalt oder warm behandelt oder mit Wasser gekocht, so färbt er sich mit Phloroglucin stark rot. Enthält also gefärbtes Papier derartigen Stoff, aber keinen Holzschliff, so kann man trotzdem leicht zu dem Schluß kommen, das Papier sei stark holzhaltig, wenn man das Mikroskop nicht zu Rate zieht<sup>1</sup>.

Hat man mit Hilfe einer der geschilderten Reaktionen verholzte Fasern nachgewiesen, so kann die weitere Frage, welcher Art die Fasern sind, ob es sich insbesondere um Holzschliff handelt, nur durch die mikroskopische Untersuchung beantwortet werden. In Frage kommen von anderen verholzten Fasern hauptsächlich nicht völlig aufgeschlossener Zellstoff, ungebleichte Jute und gelber Strohstoff, die an ihren morphologischen Merkmalen erkannt werden.

#### b) Quantitative Bestimmung.

Die makroskopische Prüfung mit Hilfe von Holzreagenzien wird auch zur quantitativen Bestimmung des im Papier enthaltenen Holzschliffes benutzt, wobei er nach der Tiefe des Farbtons geschätzt wird, der beim Behandeln des zu prüfenden Papiers mit den Reagenzien entsteht. Zum Vergleich dienen Farbtafeln, Farbstofflösungen oder Papiere von bekanntem Holzschliffgehalt, die mit demselben Reagens gleichzeitig behandelt werden. Vorschläge dieser Art sind von GOTTSTEIN<sup>2</sup>, GÄDICKE<sup>3</sup>, WURSTER<sup>4</sup>, VALENTA<sup>5</sup>, KLEMM<sup>6</sup> und vom Materialprüfungsamt<sup>7</sup> gemacht worden.

Alle diese kolorimetrischen Verfahren sind jedoch unter Umständen mit beträchtlichen Fehlern behaftet, so daß sie keinen sicheren Aufschluß über den Holzschliffgehalt geben können. In Betracht kommen folgende Fehlerquellen:

α) Einfluß der Dicke. Papiere, aus derselben holzschliffhaltigen Stoffmischung in verschiedenen Dicken hergestellt, zeigen die Farbreaktion um so dunkler, je dicker sie sind. Dieser Einfluß der Dicke kann bei der Verwendung von Vergleichspapieren mit verschiedenem Holzgehalt durch Aufeinanderlegen mehrerer Blätter mehr oder weniger ausgeglichen werden, nicht aber bei der Benutzung von Farbtafeln.

β) Einfluß der Füllstoffe. Stellt man aus einer Mischung von beispielsweise 50% Holzschliff und 50% Zellstoff Papier her, teils ohne Zusatz von Füllstoffen, teils mit solchen, so ergibt das erstere mit Holzschliffreagenzien eine dunklere Färbung als das letztere; je mehr Füllstoff vorhanden ist, um so heller erscheint die Färbung. Dies ist erklärlich, da durch Zuteilung der Füllstoffe der Gehalt des Papiers an Holzschliff, bezogen auf die Gesamtmasse des Papiers abnimmt, die Färbung also schwächer werden muß, während der Holzschliffgehalt, bezogen auf das Fasermaterial allein nach wie vor 50% ausmacht. Ferner bewirken die Füllstoffe an sich eine Aufhellung des Farbtons.

γ) Nicht alle Holzschliffsorten färben sich mit Phloroglucin gleich stark an. Nadelholzschliff färbt sich erheblich stärker als Schliff von Laubhölzern und gebleichter Holzschliff färbt sich weniger als ungebleichter.

Es handelt sich hierbei um eine Veränderung des Reaktionsvermögens der verholzenden (inkrustierenden) Substanz mit Phloroglucin durch das Bleichmittel (Bisulfit), wie sie z. B. auch durch Chlor verursacht wird<sup>8</sup>. So wurden im Materialprüfungsamt Druckpapiere beobachtet, deren Holzschliffgehalt auf Grund der Färbung mit Phloroglucin und Salz-

<sup>1</sup> Siehe KORN: Phloroglucinreaktion bei unvollständig aufgeschlossenem Sulfitzellstoff. Zellstoff u. Papier **6** (1926) S. 397. — Papierfabrikant **24** (1926) S. 521. — Wbl. Papierfabr. **57** (1926) S. 935.

<sup>2</sup> GOTTSTEIN: Papierztg. **10** (1885) S. 433.

<sup>3</sup> GÄDICKE: Sitzungen der Polytechnischen Gesellschaft zu Berlin 1882.

<sup>4</sup> WURSTER: Papierztg. **12** (1887) S. 456. — Ber. dtsh. chem. Ges. **20** (1887) Heft 5.

<sup>5</sup> VALENTA: Chemiker-Ztg. **28** (1904) S. 502.

<sup>6</sup> KLEMM: Papierfabrikant **33** (1935) S. 367.

<sup>7</sup> HERZBERG: Papierprüfung 6. Aufl., S. 137.

<sup>8</sup> Vgl. HEUSER und SIEBER: Über die Einwirkung von Chlor auf Fichtenholz. Z. angew. Chem. **26** (1913) S. 801.



säure zu 5 bis 8% bestimmt wurde, während die mikroskopische Schätzung unter Verwendung von Chlorzinkjod einen Gehalt von 20 bis 25% ergab. Ob das in solchen Fällen beobachtete Ausbleiben bzw. Nachlassen der Phloroglucin-Reaktion auf eine Veränderung von Lignin oder von ständigen Begleitstoffen des Lignins zurückzuführen ist, ist noch nicht völlig geklärt<sup>1</sup>.

Ferner scheiden diese Methoden bei *gefärbten Papieren* von vornherein aus. Hinzu kommt noch, daß die Unterschiede in der durch das Holzreagens erzeugten Färbung mit zunehmendem Holzschliffgehalt immer geringer werden.

Im Materialprüfungsamt wird deshalb die kolorimetrische Methode neben der mikroskopischen Prüfung nur noch bei der Abschätzung geringer Mengen Holzschliff bis zu 5% herangezogen, wobei als Vergleich die von WISBAR nach Originalmustern gezeichnete Tafel XXXVIII dient.

Hierzu wurden Papiere (75 g/m<sup>2</sup>) mit 0,5, 1, 2, 3 und 5% Holzschliff mit salzsaurer Phloroglucinlösung behandelt und dann im auffallenden Licht gezeichnet.

Eine möglichst genaue Feststellung des Holzschliffgehaltes bei nur geringen Mengen kommt für den Entscheid in Betracht, ob ein Papier als *holzfrei* anzusprechen ist.

Über den Umfang des Begriffes „holzfrei“ bestanden früher verschiedene Ansichten; teils wurde „holzfrei“ als gleichbedeutend mit „holzschlifffrei“, teils mit „frei von verholzten Fasern“ angesehen. Im ersten Falle wollte man also bei „holzfremen Papieren“ nur Holzschliff ausschließen, im anderen Falle aber außerdem auch andere verholzte Fasern, wie z. B. rohe Jute und gelben Strohstoff. Die zweite Auffassung hat sich als die richtige durchgesetzt, da es sich darum handelt, die schädliche Wirkung des Lignins auszuschalten, das nicht nur im Holzschliff, sondern in allen sog. verholzten Fasern enthalten ist.

Als „holzfrei“ können also nur die Papiere bezeichnet werden, die unter Ausschluß von verholzten Fasern hergestellt sind, wobei jedoch ungebleichte *Zellstoffe*, die nur noch Reste von Lignin enthalten, nicht zu den „verholzten Fasern“ gerechnet werden.

Wenn nun auch zur Herstellung eines holzfreien Papiers lediglich holzfreie Rohstoffe verwendet worden sind, können in ihm geringe Mengen verholzte Fasern gefunden werden. Zum Beispiel können in den Rohrleitungen Stoffreste zurückbleiben und sich mit dem später durchfließenden Stoff vermengen; waren erstere holzschliffhaltig, so werden in dem fertigen Papier vereinzelte Holzschliffasern nachweisbar sein. Ferner wird es sich bei der Verarbeitung von Altpapier nicht immer vermeiden lassen, daß trotz sorgfältiger Sortierung mit holzfreien auch einige holzhaltige Abfälle in das Papier gelangen. Schließlich sind Verunreinigungen mit Holzsplittern auch dadurch möglich, daß der Stoff während der Verarbeitung mit Holz in Berührung kommt.

Mit Rücksicht hierauf sind nach den „Bezeichnungsvorschriften für Papiersorten RAL Nr. 470 A“ Spuren von Holzschliff und sonstigen verholzten Fasern bis zu 0,5% in Hadernpapieren und unterhalb 5% in holzfreien Schreib- und Druckpapieren nicht zu beanstanden. Der gleiche Maßstab sollte auch bei der Beurteilung anderer holzfreier Papiere angelegt werden.

## V. Chemische Bestimmung einiger Faserarten.

### 1. Bestimmung des Holzschliffgehaltes.

*Allgemeines.* Die chemischen Methoden zur Ermittlung des Holzschliffgehaltes von Papier stellen *direkte* oder *indirekte Ligninbestimmungen* dar<sup>2</sup>. Bei den direkten Methoden wird der Kohlehydratanteil der pflanzlichen Zellwand mit starken Säuren hydrolysiert und das dadurch isolierte Lignin zur Wägung

<sup>1</sup> RENKER: Papierfabrikant 8 (1910) Festheft S. 38. — HÄGGLUND: Holzchemie, 2. Aufl., S. 130ff. 1939.

<sup>2</sup> Hiervon machen nur die älteren Verfahren von MÜLLER und von MERZ (Behandlung des Papiers mit Kupferoxydammoniak), sowie von GODEFFROY und COULON (Behandlung des Papiers mit Goldchloridlösung) eine Ausnahme. Bei einer Nachprüfung durch FINKENER erwiesen sich diese Methoden als unbrauchbar [MÜLLER, A.: Die qualitative und quantitative Bestimmung des Holzschliffes in Papier. Berlin: Springer 1887. — MERZ: Papierztg. II (1886) S. 75. — GODEFFROY u. COLON: Über die quantitative Bestimmung des Holzschliffes im Papier. Mitt. des k. k. Technologischen Gewerbemuseums in Wien, N. Fl., 2 (1888) Nr. 1 u. 2, S. 18f., 67 u. 1889 S. 9f. — FINKENER: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1892, S. 54].

gebracht (Verfahren von HALSE); die indirekten Methoden gründen sich auf die Anwendung spezifischer Ligninreaktionen, wie z. B. die Oxydierbarkeit mit Kaliumpermanganat (Methoden von TEICHER und von NOLL und HÖLDER), die Kondensierbarkeit mit Phloroglucin (Methode von CROSS-BEVAN-BRIGGS) oder die Bestimmung des Methoxygehaltes. Naturgemäß wird bei diesen Verfahren nicht nur der Ligningehalt des Schliffes, sondern auch der des im Papier vorhandenen Zellstoffes erfaßt. Da nun verschiedene Holzzellstoffe verschiedene Ligninmengen besitzen, der Ligningehalt des in dem zu prüfenden Papier enthaltenen Zellstoffes jedoch unbekannt ist, muß für letzteren in der Formel, nach der der Holzschliffgehalt zu berechnen ist, ein Durchschnittswert angenommen werden. Dasselbe gilt für den Holzschliff<sup>1</sup>.

Der Ligningehalt des Holzschliffes schwankt nach FRANKE und MÜLLER<sup>1</sup> zwischen 24,5 und 25,5%, der des Zellstoffes kann je nach dem Aufschlußgrad bis zu 9% betragen<sup>2</sup>.

Genaue Ergebnisse werden deshalb nur dann erhalten, wenn der Ligningehalt des in der Papierprobe vorhandenen Zellstoffes und Schliffes den Durchschnittswerten sehr nahe kommt. Andernfalls ist mit kleinen oder größeren Abweichungen zu rechnen<sup>3</sup>. So fanden RIESENFELD und HAMBURGER<sup>4</sup> bei der Prüfung der HALSE-Methode neben gut übereinstimmenden Werten Abweichungen bis zu 16% des gefundenen vom tatsächlichen Holzschliffgehalt<sup>5</sup>. Bei der Nachprüfung der Methode von CROSS und BEVAN durch KORN<sup>6</sup> im Materialprüfungsamt wurden Fehler bis zu 8% festgestellt. Nachprüfungen der Kaliumpermanganatmethode nach NOLL und HÖLDER sind bisher nicht bekannt; die oben aufgeführten Überlegungen dürften jedoch auch für dieses Verfahren zutreffen.

Im Hinblick darauf, daß die chemischen Methoden längere Zeit in Anspruch nehmen und unter Umständen zu größeren Fehlern führen, als die von geübten Beobachtern ausgeführte mikroskopische Schätzung, wird der Ermittlung des Holzschliffgehaltes auf mikroskopischem Wege in den meisten Fällen der Vorzug zu geben sein.

a) Das Verfahren von HALSE<sup>7</sup>, eine Modifikation der WILLSTÄTTERSchen Ligninbestimmungsmethode, ist das meistangewandte und auch von einigen ausländischen Zollbehörden als verbindlich vorgeschrieben.

*Ausführung.* 1 g lufttrocknes Zeitungspapier wird in eine 250 cm<sup>3</sup>-Glasflasche (weiter Hals, Glasstöpsel) gebracht, mit 50 cm<sup>3</sup> konzentrierter HCl (38%)<sup>8</sup> und nach gutem Durchdringen mit 5 cm<sup>3</sup> konzentrierter H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> versetzt. Im Laufe der ersten Stunden wird die Flasche mehrere Male stark geschüttelt und dann bis zum nächsten Tag stehen gelassen. Darauf wird der Inhalt mit Wasser verdünnt, in ein 750 cm<sup>3</sup>-Becherglas überführt und auf ein Volumen von 500 cm<sup>3</sup> gebracht. Nach mehreren Minuten Kochzeit läßt man das Lignin absetzen, die

<sup>1</sup> FRANKE u. MÜLLER: Wbl. Papierfabr. **60** (1929) S. 484.

<sup>2</sup> KRÜLL und MANDELKOW fanden bei 8 zur Erzeugung von Druckpapier verwendeten Zellstoffen Ligninmengen von 3,95 bis 8,50%. Papierfabrikant **20** (1922) S. 1213.

<sup>3</sup> Vgl. KORN: Papierztg. **54** (1929) S. 472. — Wbl. Papierfabr. **60** (1929) S. 236. — Papierfabrikant **27** (1929) S. 142. — Ferner ANKER, HAUG u. STEPHANSEN: Papierfabrikant **31** (1933) S. 61.

<sup>4</sup> RIESENFELD u. HAMBURGER: Cellulose-Chem. **10** (1929) S. 125.

<sup>5</sup> Da die Unterschiede im Ligningehalt bei Schliff geringer sind als bei Zellstoffen, wird bei Papieren mit hohem Holzschliffgehalt, wie z. B. bei Zeitungsdruckpapieren, für deren Prüfung HALSE das Verfahren entwickelt hat, mit geringeren Fehlern zu rechnen sein, als bei Papieren, die nur wenig Holzschliff enthalten.

<sup>6</sup> KORN: Zellstoff u. Papier **7** (1927) S. 315. — Wbl. Papierfabrikant **58** (1927) S. 867. — Papierfabrikant **25** (1927) S. 440.

<sup>7</sup> HALSE: Papier-J. **10** (1926) S. 21. Ref. Papierfabrikant **24** (1926) S. 631.

<sup>8</sup> SAMUELSEN und STEPHANSEN empfehlen die Verwendung von 36- bis 37%iger HCl (Handelsware) und Einhaltung einer Temperatur von 30°, wobei die Hydrolyse schon nach 2 h beendet sein soll (Papier-Journalen **21**, 217 [1933]).

überstehende, klare Flüssigkeit abfließen und den Bodensatz durch einen porösen Tiegel (Norton Alundum, R.A. 98) filtrieren, wäscht mit warmem Wasser gut aus und trocknet den Tiegel bei 100° bis zum konstanten Gewicht, das als Maß des Holzstoffanteils im Papier gelten kann (wenn dieses aschenfrei ist). Bei Füllstoffzusatz muß eine Aschenprobe vorgenommen werden. Unter Zugrundelegung der Berechnung: 100 T. tr. Füllstoff = 88 T. Asche erhält man den Gehalt an „reinem“ Lignin. Folgende Zahlentafel soll die Berechnung erleichtern:

% Holzstoff . . . . .	00	30	40	50	60
% Sulfitzellstoff . . . . .	100	70	60	50	40
g Lignin . . . . .	0,030	0,101	0,125	0,145	0,166
<hr/>					
% Holzstoff . . . . .	70	80	90	100	—
% Sulfitzellstoff . . . . .	30	20	10	00	—
g Lignin . . . . .	0,188	0,215	0,240	0,266	—

Die Berechnung erfolgt nach der Formel:

$$\text{Holzstoff} = \frac{100 \cdot (L - C)}{T - C} [\%]$$

$L$  = g reines Lignin in 1 g lufttrocknem Papier.

$T$  = g reines Lignin in 1 g lufttrocknem Holzstoff = 0,266.

$C$  = g reines Lignin in 1 g lufttrocknem Sulfitzellstoff = 0,030.

b) *Permanganatmethoden*. TEICHER<sup>1</sup> hat vorgeschlagen, die Menge des Holzschliffes in Zeitungsdruck- und mittelfeinen Papieren mit Hilfe einer salzsauren Kaliumpermanganatlösung zu bestimmen und beurteilt den Holzschliffgehalt nach der Zeit, die zur Entfärbung der Probe zugefügten Lösung verbraucht wird. NOLL und HÖLDER<sup>2</sup> lassen eine bestimmte Kaliumpermanganatlösung eine bestimmte Zeit auf das vorbehandelte Papier einwirken und schließen aus dem Verbrauch an Kaliumpermanganat auf die Menge des im Papier enthaltenen Holzschliffes.

c) *Phloroglucinmethode*. CROSS-BEVAN-BRIGGS<sup>3</sup> bestimmen den Holzschliff quantitativ durch Einbringen des zu prüfenden Materials in Phloroglucinlösung. Das Lignin bindet einen bestimmten Teil des Phloroglucins, der durch Titration der Lösung mit Furfurol oder Formaldehyd bestimmt wird.

d) *Methoxyl-Bestimmung*. Lignin weist einen hohen Methoxylgehalt auf<sup>4</sup>, dessen Ermittlung nach der rasch ausführbaren Methode von ZEISEL für die Bestimmung des Holzschliffgehaltes vorgeschlagen worden ist<sup>5</sup>. Genaue Ergebnisse sind jedoch nicht zu erwarten, da der Methoxylgehalt der einzelnen Holzarten schwankt und weil — entgegen älteren Ansichten — nicht nur das Lignin, sondern auch der Kohlehydratanteil des Holzes Methoxyl abspaltet<sup>6</sup>. Auch muß die Ausführung der Bestimmung mit großer Sorgfalt geschehen, da ein Fehler von nur einer Einheit in der Methylzahl den Holzschliffgehalt schon um 5% ändert. Nicht ausführbar ist die Bestimmung in einem Papier, welches Gips und Bariumsulfat enthält, da ein größerer Schwefelgehalt die Methylzahl durch Bildung von Merkaptan herabdrückt.

<sup>1</sup> TEICHER: Zellstoff u. Papier **4** (1924) S. 113.

<sup>2</sup> NOLL u. HÖLDER: Papierfabrikant **28** (1930) S. 700.

<sup>3</sup> CROSS, BEVAN und BRIGGS: Chemikerztg. **31** (1907) S. 275. — Papierztg. **32** (1907) S. 4479 u. Wbl. Papierfabr. **38** (1907) S. 4150. — Vgl. auch BEADLE u. STEVENS: Papierztg. **32** (1907) S. 4480. — KRULL u. MANDELKOW: Papierfabrikant **20** (1922) S. 1213. — KORN: Zellstoff u. Papier **7** (1927) S. 315. — Wbl. Papierfabr. **58** (1927) S. 867. — Papierfabrikant **25** (1927) S. 440.

<sup>4</sup> Bei der Untersuchung amerikanischer Hölzer fand G. J. RITTER einen Methoxylgehalt von 4,45 bis 5,79%. — J. Ind. Engng. Chem. **14** (1922) S. 1050; **15** (1923) S. 1264.

<sup>5</sup> BENEDIKT, R. u. M. BAMBERGER: Über eine quantitative Reaktion des Lignins. Mh. Chem. **11** (1890) S. 260. — Zur Bestimmung des Holzschliffes im Papier. Chemikerztg. **15** (1891) S. 221.

<sup>6</sup> Vgl. E. HÄGGLUND: Holzchemie, S. 228. Leipzig 1939.

## 2. Bestimmung des Wollgehaltes.

Auf S. 25 ist darauf hingewiesen worden, daß die mikroskopische Schätzung von Wolle in Gemischen mit anderen Faserarten Schwierigkeiten bietet. Zuverlässigere Ergebnisse liefert die chemische Bestimmung, wofür drei Verfahrensarten in Betracht kommen:

- a) Behandlung des Stoffgemisches mit *Alkalien*, wobei die Wolle in Lösung geht und die Pflanzenfasern zurückbleiben.
- b) Behandlung mit *Säure*, die den Kohlehydratanteil der pflanzlichen Faser hydrolysiert, während die Wolle als Rückstand verbleibt.
- c) Bestimmung des *Stickstoffgehaltes*, aus dem sich der Wollgehalt ergibt.

Da die Pflanzenfasern beim alkalischen Verfahren Verluste erfahren, beim sauren nicht restlos gelöst werden, entstehen Versuchsfehler, die jedoch im zweiten Falle so gering sind, daß nur bei Gegenwart von Holzschliff eine Korrektur erforderlich ist. Das auf der Bestimmung des Stickstoffgehaltes beruhende Verfahren sollte nach BRECHT und HELMER nur in Zweifelsfällen, wie sie etwa bei Vorhandensein größerer Mengen Holzschliff entstehen können oder bei wissenschaftlichen Untersuchungen angewendet werden<sup>1</sup>.

Im Materialprüfungsamt hat sich ein Verfahren, das von HEERMANN<sup>2</sup> für die Textilprüfung entwickelt und von B. SCHULZE für die Untersuchung von Kalanderpapieren und Wollfilzpappen bearbeitet worden ist, am besten bewährt<sup>3</sup>.

*Ausführung.* Eine lufttrockne Probe der Pappe, deren Gewicht 10 g absolut trockenem, aschenfreiem Stoff entspricht, wird in kleine Stücke zerrissen, etwa 15 min in Wasser gekocht, nach dem Abkühlen mit den Fingern geknetet und in einer Flasche bis zur Zerkleinerung geschüttelt. Darauf wird der Stoff auf einem Kupfersieb von 5000 Maschen je cm<sup>2</sup> abfiltriert, mit der Hand ausgedrückt, mit 96%igem Alkohol versetzt, durchgeschüttelt und nach etwa 10 min wieder gesiebt. Nach gelindem Abdrücken wird das noch feuchte Material in einer 2-Literflasche mit einem geschliffenen Glasstopfen mit 300 cm<sup>3</sup> einer 80%igen Schwefelsäure versetzt und 3 h unter Benutzung einer Schüttelmaschine geschüttelt. Sodann wird das Lösungsmittel zwecks Verdünnung in eine Porzellanschale, die etwa 1 Liter Wasser enthält, gebracht und durch das Kupfersieb filtriert.

Der auf dem Sieb gesammelte Rückstand wird unter häufigem Umrühren mit einem Glasstab ausgewaschen, bis das Wasser klar abläuft; darauf wird mit schwach ammoniakalischem und zuletzt mit reinem Wasser nachgewaschen. Nach einer Vortrocknung auf dem Sieb wird der Rückstand in ein Wägegölchen überführt, bis zum gleichbleibenden Gewicht bei 100 bis 105° getrocknet, gewogen und in einem Porzellantiegel verascht. Der Wollgehalt wird durch Abziehen der Asche vom Gewicht des absolut trocknen Rückstandes gefunden und abgerundet auf ganze Prozente bezogen auf das Gewicht der absolut trocknen, aschenfreien Einwaage angegeben. Enthält die zu prüfende Pappe Holzschliff, so ist dieser mikroskopisch zu schätzen; für je 10% Holzschliff sind 0,6% (absolut) von dem in Prozenten ermittelten Wollgehalt abzuziehen.

<sup>1</sup> BRECHT, W. u. E. HELMER: Zellstoff u. Papier **13** (1933) S. 331, 386.

<sup>2</sup> HEERMANN, P.: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1913, S. 176.

<sup>3</sup> SCHULZE: Quantitative Bestimmung von Wolle in Roh- und Wollfilzpappen auf chemischem Wege. Wbl. Papierfabr. **60** (1929) S. 545. — Papierfabrikant **27** (1929) S. 299. — Zellstoff u. Papier **9** (1929) S. 610. — KORN u. SCHULZE: Erfahrungen bei der Bestimmung des Wollgehaltes. Wbl. Papierfabr. **62** (1931) S. 71. — Papierfabrikant **29** (1931) S. 68. — Zellstoff u. Papier **11** (1931) S. 206.

### 3. Bestimmung des Ledergehaltes.

Die quantitative Bestimmung des Lederanteiles erfolgt im allgemeinen auf Grund des Gewichtes der Probe vor und nach Extraktion mit kochender 2%iger Natronlauge unter Berücksichtigung des Absoluttrockengehaltes vor und nach der alkalischen Behandlung. Die zahlenmäßigen Ergebnisse sind nur Annäherungswerte, weil auch das pflanzliche Fasermaterial je nach Faserart und Vorbehandlung teilweise alkalilöslich ist. Aus diesem Grunde ist die Anwendung von *alkoholischer* etwa 6%iger Kalilauge vorteilhafter. Zu berücksichtigen ist ferner die Anwesenheit löslicher Imprägniermittel.

### 4. Die Bestimmung des Asbestgehaltes.

Bei der Prüfung von asbesthaltigen Papieren und Pappen gibt neben der mikroskopischen Schätzung nach Vergleichsproben mit bekanntem Asbestgehalt auch der Aschengehalt einen Anhalt über die Menge des vorhandenen Asbestes. Dabei handelt es sich jedoch nur um grobe Annäherungswerte, da etwa anwesende Füllstoffe mit erfaßt werden und der Glühverlust von der Art des Asbestes sowie von der Veraschungstemperatur und -dauer abhängig ist. Bei 600° (Temperatur der Bunsenbrennerflamme) beträgt nach SOMMER<sup>1</sup> der Glühverlust von Hornblende-Asbest etwa 4%, von Serpentin-asbest, der für Pappen u. dgl. hauptsächlich verwendet wird, etwa 8%. OBERLIES und KRÜGER haben für Serpentin-asbest einen Glühverlust von etwa 13% bei 900° festgestellt<sup>2</sup>. Berücksichtigt man die von den Pflanzenfasern herrührende Asche mit einem Betrage von etwa 1,5%, so kann man aus dem Aschengehalt den Asbestanteil der Pappe in Grenzwerten angenähert berechnen, wenn anzunehmen ist, daß andere mineralische Füllstoffe nicht zugegen sind. Den Nachweis, daß dies tatsächlich nicht der Fall ist, könnte nur eine Analyse der Asche erbringen. Aber auch hierbei ist mit Schwierigkeiten zu rechnen, falls es sich um Zusätze handelt, die eine dem Asbest ähnliche chemische Zusammensetzung haben, wie z. B. Talkum.

Richtlinien für eine genauere Bestimmung des Asbestgehaltes auf Grund einer Siebanalyse und der mikroskopischen und chemischen Prüfung geben OBERLIES und KRÜGER<sup>2</sup>.

## B. Leim- und Imprägniermittel.

**Allgemeines.** Als Leimmittel werden hauptsächlich verwendet:

*Harz* und *Stärke* als pflanzliche Stoffe;

*Tierleim* und *Kasein* als Leimstoffe tierischer Herkunft;

*Montanwachs*;

*Wasserglas*, *kolloide Tonerde*, *gefälltes Aluminiumhydroxyd* u. ä. als mineralische Leimmittel.

Die Leimung mit *Harz* ist die weitaus wichtigste. Sie erfolgt ausschließlich durch Zugabe von vollständig oder teilweise verseiftem Kolophonium zum Stoffbrei vor der Blattbildung („Stoffleimung“), während mit *Tierleim* entweder durch Eintauchen des fertigen Papiers (Bogen oder Bahn) in die Leimlösung („Oberflächenleimung“) oder durch Zusetzen der Leimlösung in den Holländer geleimt wird. *Kasein* wird gelegentlich statt des Tierleims verwendet, vor allem aber bei der Herstellung gestrichener Papiere zum Binden des Striches. *Stärke* wird dem Papierstoff meist in Form von Kleister, manchmal aber auch roh, nur mit Wasser angerührt, zugesetzt; ferner wird sie auch als Strichbindemittel gebraucht. Die Anwendung des *Montanwachses* entspricht der des Kolophoniums. *Wasserglas* und die kolloiden mineralischen Leimstoffe werden ebenfalls dem Stoffbrei im Holländer zugegeben.

<sup>1</sup> SOMMER, H.: Über die Hitzebeständigkeit von Asbest. Gummi-Ztg. 47 (1933) S. 940.

<sup>2</sup> OBERLIES, F. u. D. KRÜGER: Verfahren zur Untersuchung asbesthaltiger Erzeugnisse. Wiss. Abh. dtsch. Materialprüf.-Anst. II. Folge, 1942, H. 4, S. 24.

Die Ausfällung der Leimmittel aus kolloiden Lösungen, Emulsionen und Dispersionen erfolgt fast ausschließlich durch Aluminiumsulfat („Alaun“).

Zur Zeit der Bearbeitung dieser Auflage werden als Ersatz für Harzleim in umfangreichem Maße unter Phantasienamen Leimkompositionen auf Basis von Tallöl, Tierleim, Montanwachs, Sulfatpech, Cellulosederivaten, Kunstharzen u. a. mehr verwendet. Soweit ihre Bestandteile analytisch leicht zugänglich und ihre Zusammensetzung bekannt sind, können sie bei Anwendung der nachstehend beschriebenen Verfahren identifiziert werden (vgl. auch den Abschnitt über Imprägniermittel S. 66 ff.). Da diese Voraussetzungen vielfach nicht oder nur zum Teil erfüllt sind, wird ihr Nachweis mitunter schwierig oder überhaupt nicht möglich sein.

## I. Harzleim.

### 1. Nachweis.

a) Etwa 5 g des in kleine Stücke zerrissenen Papiers werden  $\frac{1}{4}$  h auf dem Wasserbad mit 70%igem<sup>1</sup> Alkohol ausgezogen, der zur Zersetzung des in Alkohol unlöslichen, gebundenen Harzes (Aluminiumresinat) mit einigen Tropfen Salz- oder Essigsäure anzusäuern ist. Beim Eingießen dieses Auszuges in destilliertes Wasser scheidet sich, wenn das Papier harzgeleimt ist, das Harz in feinsten Verteilung aus, wobei eine milchige Trübung entsteht. Der Eindampfrückstand des Auszuges ist bei Zimmertemperatur hart und spröde, beim Erwärmen weich und klebrig. Geruch nach Kolophonium.

Statt Alkohol kann auch *Eisessig* zum Ausziehen des Harzes benutzt werden.

b) Reaktion von LIEBERMANN-STORCH: Etwa 0,5 g des Papiers werden mit einer möglichst geringen Menge *Essigsäureanhydrid* unter schwachem Erwärmen extrahiert. In die Lösung, die nach dem Erkalten in eine Porzellanschale überführt wird, läßt man vom Rande her vorsichtig einen Tropfen Schwefelsäure ( $d = 1,53$ )<sup>2</sup> einfließen. Eine blau- bis rotviolette Färbung, die nach kurzer Zeit schmutzig rotbraun wird, zeigt die Anwesenheit von Harz an.

Diese Reaktion, die erstmalig von MORAWSKI<sup>3</sup> für den Nachweis von Harzleim in Papier vorgeschlagen wurde, ist zwar sehr empfindlich, aber nicht spezifisch, da sie auch bei Gegenwart von Harzöl und verschiedenen anderen organischen Stoffen, z. B. Sterinen, eintritt. Es ist ferner zu beachten, daß sie auch ausbleiben kann, wenn die Harzsäuren durch die Einwirkung des Luftsauerstoffes verändert sind, z. B. bei alten und längere Zeit dem Licht ausgesetzten Papieren.

c) *Konzentrierte Schwefelsäure*, auf das zu prüfende Papier aufgetropft, ergibt bei Anwesenheit von Harz eine deutlich rotviolette Färbung.

Dieser Nachweis, der von WIESNER<sup>4</sup> in die Papierprüfung eingeführt wurde, gründet sich auf die RASPALSche Reaktion von Harz mit Schwefelsäure bei Gegenwart von Zucker, der bei der Einwirkung der konzentrierten Säure auf die Papierfasern als Celluloseabbauprodukt entsteht.

Beim Eintreten der Reaktion hat man sich nachträglich zu vergewissern, ob im Papier nicht auch *Fette* und *Eiweißkörper* vorhanden sind, da diese die Färbung ebenfalls geben. Dieser Umstand beeinträchtigt den praktischen Wert der Reaktion erheblich. Ferner ist sie nicht anwendbar, wenn das Papier *verholzte Fasern* enthält, da dann eine so stark schmutzgrüne Färbung entsteht, daß die Harzreaktion völlig verdeckt wird. — Wertvoll ist bei Anwendung dieser Reaktion der Umstand, daß man zu ihrer Ausführung sehr wenig Papier braucht.

d) „*Ätherreaktion*“. Ein weiteres Verfahren, das sich durch große Einfachheit in der Versuchsausführung auszeichnet, ist das folgende<sup>5</sup>. Man schneidet aus dem zu prüfenden Material ein etwa handgroßes Stück heraus, legt es auf eine hohle Unterlage (Glasschale, Uhrglas o. a.) und läßt aus einer Tropfflasche

<sup>1</sup> Die Anwendung von 70%igem Alkohol ist deshalb zu empfehlen, weil damit die Herauslösung von *Zellstoffharz* verhindert wird; Zellstoffharz gibt sich bei Extraktion mit höherprozentigem Alkohol durch eine klebrige Beschaffenheit des erkalteten Eindampfrückstandes zu erkennen.

<sup>2</sup> Hergestellt durch Vermischen von 65,5 g Schwefelsäure ( $d = 1,84$ ) mit 37,5 g Wasser.

<sup>3</sup> MORAWSKI: Mitt. aus dem k. k. Technolog. Gewerbemuseum in Wien, 1888, Nr. 1 u. 2.

<sup>4</sup> WIESNER, J. von: Die mikroskopische Untersuchung des Papiers. Wien 1887.

<sup>5</sup> HERZBERG: Über ein neues einfaches Verfahren zum Nachweis von Harzleim in Papier. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt. 1892, S. 80.

etwa 4 bis 6 Tropfen *Äther*<sup>1</sup> auf die Mitte des Blattes fallen. Der Äther breitet sich auf dem Blatt aus und ist nach kurzer Zeit verdunstet. Bei harzgeleimten Papieren zeigt sich dann ein mehr oder weniger deutlicher Harzrand. Bildet sich nach der ersten Verdunstung kein Rand, so ist das Auftropfen zu wiederholen, da zuweilen bei Papieren mit wenig Harzleim, z. B. bei gleichzeitig harz- und tierischgeleimten, der Rand weniger deutlich erscheint als sonst. — Die Methode ist nicht eindeutig, weil bei Gegenwart anderer löslicher Stoffe, wie z. B. Wachsen, Fetten, Paraffin ebenfalls ein Rand entstehen kann.

Zu bemerken ist hierbei, daß Papier, welches lange der Einwirkung des Sonnenlichtes ausgesetzt war, die Harzrandbildung mit Äther nicht mehr oder nicht mehr so deutlich zeigt, wie das ursprüngliche Papier. Mit *Alkohol* geben auch belichtete Papiere zuweilen

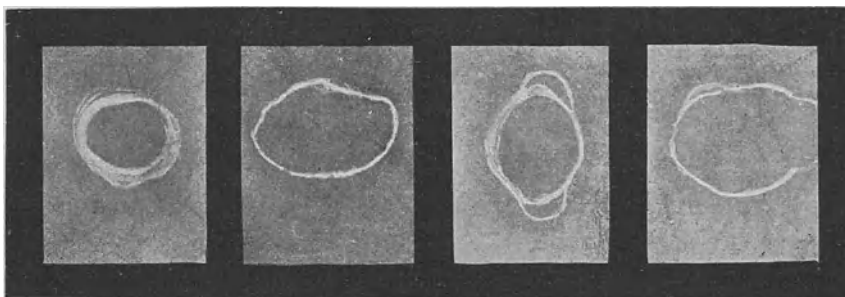


Abb. 42. Ätherreaktion bei harzgeleimten Papieren.

noch einen Harzrand. Begründet ist dieses Verhalten in der Umwandlung des Harzes in ätherunlösliche Oxysäuren.

Aus Abb. 42 ist zu ersehen, wie die Reaktion auftritt. Die Abbildung zeigt vier verschiedene Papiere, welche in der eben geschilderten Weise behandelt und dann im durchfallenden Licht photographisch aufgenommen wurden.

## 2. Bestimmung der Menge an Leimungsharz<sup>2</sup>.

a) Zur Bestimmung der Menge des im Papier vorhandenen Leimungsharzes (frei und gebunden) behandelt man das Papier mit Äther oder Alkohol und zieht so den größten Teil des Harzes aus; dann kocht man die ausgezogene Probe mit etwa 5%iger Natronlauge, filtriert, wäscht den Papierbrei mit heißem Wasser aus und setzt zu dem Filtrat Schwefelsäure. Das hierbei ausgeschiedene Harz wird durch Schütteln mit Äther aufgenommen, die Lösung mit dem ersten Harzauszug vereinigt und das in diesem Gemisch vorhandene Harz nach dem Verdampfen des Lösungsmittels bestimmt.

b) 5 bis 10 g des in Stücke gerissenen Papiers werden unter Rückfluß mit Alkohol extrahiert, dem auf 100 Teile etwa 0,5 Teile Eisessig oder konzentrierte Salzsäure zugesetzt sind. Die Zahl der Abhebungen soll nicht unter 8 betragen. Der Auszug wird nach Zusatz von etwa 20 ccm n/1-Natronlauge<sup>3</sup> alkoholfrei gekocht, auf ein geringes Volumen eingedampft, verlustlos in einen Scheidetrichter übergeführt, mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und 3mal mit je 25 cm<sup>3</sup> Äther ausgeschüttelt. Die vereinigten ätherischen Auszüge werden eingedampft, der Rückstand wird bei 105° getrocknet und gewogen.

<sup>1</sup> Nach A. HERZOG (Mikrochemische Papierprüfung, S. 47. Berlin 1935) wird bei schwach geleimten Papieren mit Vorteil an Stelle von Äther *Xylol* verwendet, das einen schärferen Harzrand ergibt.

<sup>2</sup> Über die „Tappi“-Methode vgl. Paper Trade J. Bd. 109 (1939) Nr. 10, S. 31 [T 408 m — 39]. — Über die Bestimmung des Harzgehaltes von Papier vgl. auch J. F. REARDON u. J. MINOR: Paper Ind. **20** (1938) S. 751.

<sup>3</sup> Der Extrakt muß deutlich alkalisch reagieren.

## II. Tierleim.

### 1. Nachweis<sup>1</sup>.

Eine größere Menge des Papiers (5 bis 20 g) wird längere Zeit auf dem Wasserbad mit destilliertem Wasser behandelt; der Auszug wird stark eingeeignet und nach Filtration zur Durchführung der untenstehenden Reaktionen verwendet.

Liegt der Tierleim im Papier in „gehärteter“ und somit schwerlöslicher Form vor, z. B. nach einer gerbenden Behandlung mit Formaldehyd<sup>2</sup>, so ist es erforderlich, das Versuchsmaterial vor der Wasserextraktion zur Spaltung der Tierleim-Formaldehyd-Additionsverbindung mit Säure zu behandeln. Dies kann durch 24stündiges Einlegen in stark verdünnte Essig- oder Salzsäure bei Zimmertemperatur geschehen, oder durch 1/4stündiges Kochen mit z. B. 1%iger Phosphorsäure<sup>3</sup>.

a) *Tanninlösung* (Gerbsäurelösung)<sup>4</sup> im Überschuß fällt Tierleim als weißen, dicken, gallertigen Niederschlag, der nach Zusatz von Salzsäure teilweise in Lösung geht, sich beim Erwärmen zusammenballt und an der Gefäßwand haftet. — Der filtrierte und getrocknete Niederschlag ergibt nach Verreiben mit Natronkalk und Glühen des Gemisches im Reagensglas Ammoniakentwicklung, die am Geruch und an der Bläuung von feuchtem Lackmuspapier erkannt wird.

Enthält das Papier *Stärke*<sup>5</sup>, so muß diese vor Ausführung der Tanninreaktion abgetrennt werden, da sie ebenfalls von Gerbsäure gefällt wird. Zu diesem Zwecke wird dem erkalteten Auszug Chlorammonium (als Salz) und nachdem sich dieses gelöst hat, verdünnte Jod-Jodkaliumlösung in geringem Überschuß zugesetzt. Die Stärke fällt als blaue Jodstärke aus und wird nach einigen Stunden Absetzdauer filtriert. Das Filtrat wird jodfrei gekocht und zum Nachweis des Tierleims verwendet.

Die Tanninreaktion tritt auch bei Gegenwart von *Kasein*, *Eiweiß* und *Pflanzenschleimen* ein.

b) *Biuretreaktion*. Der Auszug wird mit einigen Tropfen Kupfersulfatlösung (2%ig) und mit Natronlauge (5%ig) versetzt. Die zunächst auftretende Blaufärbung schlägt bei Anwesenheit von Tierleim, Kasein und Eiweiß sofort oder allmählich nach Violett um. Schwaches Erwärmen fördert die Farbreaktion, die auch am Papier selbst ausgeführt werden kann, indem man dieses mit der Kupfersulfatlösung behandelt und anschließend mit Natronlauge betropft. Harzgeleimtes Papier ergibt hierbei eine schwach gelblichgrüne Färbung.

Zur Abtrennung von gleichzeitig anwesendem pflanzlichem Eiweiß wird der Auszug mit Salpeter- oder Essigsäure angesäuert und gekocht, wodurch das Eiweiß<sup>6</sup> zur Koagulation gebracht und durch Filtration abgeschieden werden kann. Eine positive Biuretreaktion des Filtrates läßt auf Tierleim oder Kasein schließen. — Über die Unterscheidung zwischen Tierleim und Kasein s. S. 64.

<sup>1</sup> Ein einwandfreier Nachweis von Tierleim ist nur auf chemischem Wege möglich, insbesondere wenn das Papier *im Stoff* mit Tierleim und Harz geleimt ist. Ein äußerliches Merkmal für *tierische Oberflächenleimung* ist darin zu sehen, daß sich Papiere mit starker Oberflächenleimung durch einen harten Griff auszeichnen; drückt man das Blatt kräftig mit feuchten Fingern, so fühlt es sich klebrig an und haftet oft an den Fingern; stark angehaucht und gerieben riecht es nach Tierleim. Beschreibt man es ferner nach dem Zusammenballen und Reiben, so läuft die Tinte aus und schlägt durch, wenn nur tierische Oberflächenleimung vorliegt, während seine Leimfestigkeit bei Stoffleimung nicht oder nur wenig beeinträchtigt wird (vgl. HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl., S. 236). — Ein in der Praxis vielfach angewendetes Verfahren besteht darin, daß man flüssiges Stearin auf das Papier tropft. Bei nur mit Harz geleimten Papieren durchdringen die Tropfen das Papier sofort, bei tierisch geleimten nicht. Entfernt man das Stearin nach dem Erkalten, so ist auf dem tierisch geleimten Papier die getroffene Stelle kaum sichtbar, während sie bei dem Papier mit Harzleim glasig durchscheinend wie ein Fettfleck erscheint. Bei Anwendung dieses Verfahrens darf man aber nicht außer acht lassen, daß sich Papiere, die im Stoff mit Harz und im Bogen mit Tierleim geleimt sind, ebenso verhalten, wie die nur mit Tierleim geleimten. Auch bei diesen dringt der Tropfen nicht durch.

<sup>2</sup> Über den Nachweis von Formaldehyd s. S. 70.

<sup>3</sup> Vgl. auch BURGSTALLER: Papierfabrikant **35** (1937) S. 46.

<sup>4</sup> Anzuwenden in 5%iger wäßriger Lösung.

<sup>5</sup> Stärkenachweis s. S. 64.

<sup>6</sup> Zum Teil auch Kasein.



c) MILLONsches Reagens<sup>1</sup> erzeugt eine weiße Fällung, die beim Erhitzen zu ziegelroten Klumpen zusammenballt.

Die Reaktion ist nicht für Tierleim spezifisch, sie tritt auch bei Anwesenheit von Kasein und anderen Eiweißstoffen ein.

d) SCHMIDT'sches Reagens<sup>2</sup> ergibt eine weiße, flockige Fällung, die sich rasch absetzt. Der Niederschlag ist in überschüssiger Salpetersäure zum größten Teil löslich, vollständig aber nur, wenn man die gesamte Menge der Säure sehr rasch und mit einem Male zusetzt; die vorübergehend auftretende Fällung verschwindet dann sofort wieder und man erhält eine vollkommen klare Lösung. Der einmal gebildete Niederschlag ist beim Kochen nicht völlig, sondern nur zum größten Teil löslich; beim Erkalten entsteht eine starke Trübung. In konzentrierter Salpetersäure und in konzentrierter Salzsäure ist er leicht, in konzentrierter Schwefelsäure schwerer löslich, sehr schwer in 80%iger Essigsäure. Charakteristisch ist ferner eine beim Niederschlag sowie in der darüber befindlichen Flüssigkeit auftretende schwach blaugrüne Färbung. Die Reaktion soll sehr empfindlich sein, bei einem Gehalt von nur 0,001 g Leim noch starke Fällung, bei einem Gehalt von nur 0,00001 g noch deutliche Trübung hervorrufen<sup>3</sup>.

## 2. Bestimmung der Menge an Tierleim.

Die quantitative Bestimmung des Tierleims geschieht am besten durch Ermittlung des Stickstoffgehaltes nach einem der hierfür bekannten Verfahren (z. B. KJELDAHL).

In Amerika ist das Verfahren nach KJELDAHL durch die Technical Association of the Pulp and Paper Industry<sup>4</sup> in folgender Weise genormt worden: Eine genau abgewogene Menge von 3 bis 5 g der Probe wird in kleine Stücke zerschnitten und in einen KJELDAHL-Kolben von 500 cm<sup>3</sup> Fassungsvermögen gebracht. Dann werden 10 g gepulvertes wasserfreies Natriumsulfat, ferner ein kleiner Kristall von Kupfersulfat und 25 cm<sup>3</sup> konzentrierte Schwefelsäure hinzugefügt. Man erhitzt den Kolben zunächst gelinde, bis das Schäumen aufhört und darauf stärker, bis vollständige Oxydation eingetreten ist, d. h. bis die Mischung klar und farblos geworden ist. Sodann wird abgekühlt und mit destilliertem Wasser auf 200 cm<sup>3</sup> aufgefüllt. Zur Verhütung des Schäumens setzt man etwa 2 cm<sup>3</sup> Petroleum, zur Vermeidung von Stößen während des Destillierens etwa 2 g granuliertes Zink hinzu. Darauf erfolgt Zugabe einer gesättigten Natriumhydroxyldlösung (gewöhnlich 75 cm<sup>3</sup>) mit einem Überschuß von 5 cm<sup>3</sup>. Die Lösung soll vorsichtig an der Seite des Kolbens zugegossen werden, damit sie sich nicht mit der Säure mischt. Das Gesamtvolumen der Lösung soll etwa 400 cm<sup>3</sup> betragen. Nach der Füllung wird der Kolben sofort mit der Vorlage verbunden, in der sich eine bestimmte Menge  $\frac{1}{10}$  n-Schwefelsäure auf 100 cm<sup>3</sup> verdünnt befindet; das Ende des Destillationsrohres soll dicht unter der Oberfläche der Schwefelsäure münden. Gewöhnlich genügen 30 cm<sup>3</sup>  $\frac{1}{10}$  n-Schwefelsäure. Dann mischt man den Inhalt des Kolbens durch Schütteln und erhitzt allmählich steigernd unter Vermeidung von Spritzen bei einer Destillationsdauer von etwa 45 min, bis das Gesamtvolumen des Destillates ungefähr 200 cm<sup>3</sup> beträgt. Der Inhalt der Vorlage wird mit  $\frac{1}{10}$  n-Alkalilösung unter Benutzung von Methylorange als Indikator titriert. Die Anzahl Kubikzentimeter der in der Vorlage befindlichen  $\frac{1}{10}$  n-Schwefelsäure minus der Anzahl Kubikzentimeter der beim Titrieren verbrauchten  $\frac{1}{10}$  n-Alkalilösung ist dem vorhandenen Stickstoff äquivalent. Diese Zahl multipliziert mit 0,0014 ergibt die Menge des gefundenen Stickstoffes. Bei Doppelbestimmungen sollen die in Prozenten ausgedrückten Ergebnisse bis auf 0,02% übereinstimmen. Mit allen zur Verwendung gelangten Reagenzien soll ein blinder Versuch gemacht und etwa gefundener Stickstoff in Abzug gebracht werden. — Die gefundene Stickstoffmenge wird in Prozenten, bezogen auf das Gewicht des lufttrocknen Papiers, mit einer Genauigkeit von 0,01%

<sup>1</sup> Herstellung des Reagens nach der Vorschrift der Techn. Association of the Pulp and Paper Industrie [Wbl. Papierfabr. 58 (1927) S. 667]: 20 g Quecksilber (chemisch rein) werden in 40 g konzentrierter Salpetersäure gelöst und mit destilliertem Wasser auf 180 cm<sup>3</sup> aufgefüllt.

<sup>2</sup> 5 g Ammoniummolybdat in 100 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser kalt gelöst und in 35 cm<sup>3</sup> Salpetersäure ( $d = 1,2$ ) gegossen.

<sup>3</sup> Chemiker-Ztg. 34 (1910) Nr. 94, S. 839.

<sup>4</sup> Paper Trade J. Bd. 84 (1927) Nr. 4, S. 48—51 und Wbl. Papierfabr. 58 (1927) Nr. 22, S. 667.

angegeben. Soll der Gehalt an Tierleim (oder Kasein) angeführt werden, so ist der Prozentsatz des gefundenen Stickstoffes mit 5,6 (bzw. 6,3) zu multiplizieren. Diese Faktoren sind Durchschnittswerte, da sie nach der Sorte des Materials schwanken.

### III. Kasein.

#### 1. Nachweis.

5 bis 20 g des Papiers werden mit verdünnter Boraxlösung (2%ig)<sup>1</sup> extrahiert, und zwar am besten bei Zimmertemperatur (etwa 24 h), anderfalls durch  $\frac{1}{2}$ stündiges Erwärmen auf dem Wasserbad. Der Auszug wird eingengt, filtriert, mit Essig oder Salzsäure neutralisiert und zur Durchführung der unten beschriebenen Reaktionen benutzt.

In gleicher Weise wie der Tierleim (s. S. 61) kann auch das Kasein durch einen *Härtungsprozeß mit Formaldehyd* in schwerlösliche Form gebracht sein. Aus diesem Grunde ist eine mehrstündige Vorbehandlung mit verdünnter Essig- oder Salzsäure in der Kälte oder  $\frac{1}{4}$ stündiges Kochen mit verdünnten Säuren vorteilhaft.

Liegt ein *gestrichenes Papier* vor, so werden Abschnitte von etwa  $10 \times 10$  cm, gegebenenfalls nach einer Säurebehandlung, in die Boraxlösung oder in verdünntes Ammoniak<sup>2</sup> eingelegt und nach etwa 24 h unter Verwendung eines weichen Pinsels oder Wattebausches abgebürstet. Die erhaltene Lösung wird nach dem Absitzen der Füllstoffe des Striches und darauffolgender Filtration neutralisiert.

a) *Reaktion von ADAMKIEWICZ.* Man bringt eine Mischung von zwei Raumteilen Eisessig und einem Teil konzentrierter Schwefelsäure in ein Reagensglas und läßt vom Rande her einige Tropfen des Auszuges zufließen. Ist Kasein vorhanden, so entsteht eine rotviolette Färbung<sup>3</sup>. Tierleim und Eiweiß geben diese Reaktion nicht.

Die ADAMKIEWICZsche Reaktion ist demnach zwar für Kasein spezifisch, aber nicht sehr empfindlich. Nach SCHULZE und RIEGER<sup>4</sup> ist sie in 0,2%iger reiner Kaseinlösung noch deutlich, in 0,1%iger jedoch kaum noch zu sehen. Dieser Umstand bewirkt, daß der Kaseinnachweis zuweilen schwierig ist und nicht immer gelingt, insbesondere weil das Einengen der Auszüge zur Erhöhung der Konzentration wegen der damit verbundenen Anreicherung an färbenden und trübenden alkalilöslichen Extraktionstoffen, die die Reaktion stören, ebenfalls nicht zum Ziele führt<sup>5</sup>. Hinzu kommt noch, daß das Kasein im Papier gelegentlich in veränderter Form vorzuliegen scheint, da die Tryptophanreaktion bei der Untersuchung kaseinhaltiger Papiere in manchen Fällen negativ verläuft, insbesondere bei Kasein, das mit Formaldehyd gehärtet wurde.

b) *Xanthoproteinreaktion.* Der Auszug (5 cm<sup>3</sup>) wird mit 10 Tropfen konzentrierter Salpetersäure angesäuert und gekocht, wobei Kasein in gelb gefärbten Flocken ausfällt.

Die Reaktion ist ebenfalls nicht sehr empfindlich; die Fällung hängt unter anderem von der Kasein- und Säurekonzentration ab. Sie kann auch am Papier selbst ausgeführt werden, wobei eine *sofortige* Gelbfärbung durch einen aufgetragenen Tropfen konzentrierter Salpetersäure die Anwesenheit von Kasein anzeigt. Holzschliff stört die Reaktion wegen der in diesem Falle eintretenden Braunfärbung.

c) *Tanninlösung* und MILLONSches Reagens<sup>6</sup> ergeben mit Kaseinlösungen gleiche Fällungen wie mit Tierleim (vgl. S. 61 f.).

<sup>1</sup> Statt der Boraxlösung kann auch eine 2%ige Sodalösung oder  $\frac{1}{5}$  n-Natronlauge angewendet werden. Die Flüssigkeitsmenge soll möglichst gering bemessen werden und das in Schnitzelform gebrachte Papier eben bedecken.

<sup>2</sup> 1 Teil konzentriertes Ammoniak zu 9 Teilen destilliertem Wasser.

<sup>3</sup> Diese Reaktion beruht auf der Anwesenheit von Tryptophan im Kasein, das mit der im Eisessig stets vorhandenen Glyoxalsäure und Schwefelsäure die genannte Färbung ergibt.

<sup>4</sup> SCHULZE u. RIEGER: Papierfabrikant **32** (1934) S. 245.

<sup>5</sup> Dies gilt vor allem für heiß bereitete Auszüge.

<sup>6</sup> Die MILLONSche Reaktion ist auf den Gehalt des Kaseins an Tyrosin zurückzuführen. Nach neueren Untersuchungen [GERNGROSS: Angew. Chem. **46** (1933) S. 397] enthalten auch Gelatine, Haut- und Knochenleim 0,5 bis 1,0% Tyrosin, weshalb die Reaktion entgegen früherer Ansicht nicht für Kasein spezifisch ist.

### *Unterscheidung zwischen Tierleim und Kasein.*

Da für einen eindeutigen Kaseinnachweis nur die wenig empfindliche ADAMKIEWICZSche Reaktion zur Verfügung steht, während eine spezifische Tierleimreaktion überhaupt nicht bekannt ist, bereitet der getrennte Nachweis beider Leimmittel häufig Schwierigkeiten. Von SCHULZE und RIEGER<sup>1</sup> wurde vorgeschlagen, die Trennung beim Extrahieren vorzunehmen.

Zu diesem Zwecke werden 5 g des zerkleinerten Papiers mit etwa 40 cm<sup>3</sup> einer 0,5%igen Essigsäure 24 h kalt ausgezogen. Hierbei geht im wesentlichen nur Tierleim in Lösung<sup>2</sup>. Nach dem Filtrieren und Nachwaschen wird 24 h mit kalter 1%iger Boraxlösung behandelt, wobei Kasein in Lösung geht. Durch diese milde Extraktionsweise wird erreicht, daß möglichst wenig störende Stoffe mit ausgezogen werden. Nach Entfernung der unter Umständen gleichfalls vorhandenen Stärke mit Jod-Jodkaliumlösung (siehe unten) werden an den beiden Auszügen die oben beschriebenen Reaktionen durchgeführt, von denen neben der spezifischen ADAMKIEWICZSchen insbesondere die SCHMIDTSche Reaktion mit Ammoniummolybdat in Verbindung mit der Salpetersäurefällung noch die zuverlässigste ist. Ergibt das SCHMIDTSche Reagens eine Fällung, so kann sowohl Tierleim als auch Kasein vorliegen, während mit Salpetersäure nur bei Anwesenheit von Kasein ein Niederschlag erhalten wird.

## **2. Bestimmung der Menge an Kasein.**

Die quantitative Bestimmung des Kaseins erfolgt in gleicher Weise wie die des Tierleims auf Grund des Stickstoffgehaltes (s. S. 62).

Eine getrennte Feststellung des Tierleim- und Kaseingehaltes ist hierbei nicht möglich; lediglich auf Grund des bei beiden Leimarten verschiedenen Phosphorgehaltes kann eine ungefähre Vorstellung von den im Papier vorliegenden Anteilen erhalten werden. Kasein enthält 0,71 bis 0,85% Phosphor<sup>3</sup>, Tierleim maximal  $\frac{1}{10}$  dieser Menge<sup>4</sup>. — Die Bestimmung des Phosphorgehaltes geschieht nach den üblichen Methoden der Elementaranalyse organischer Stoffe.

## **IV. Stärke.**

### **1. Nachweis.**

Versetzt man einen heiß bereiteten wäßrigen Papierauszug nach dem Erkalten mit einigen Tropfen einer *stark verdünnten Jod-Jodkaliumlösung*<sup>5</sup>, so entsteht bei Anwesenheit von Stärke eine intensive Blau- oder Blauviolett-färbung infolge Bildung von Jodstärke. Die Färbung verschwindet beim Erwärmen, um beim Erkalten langsam wiederzukehren. — Die Reaktion kann auch durch Auftropfen der Jodlösung am Papier selbst ausgeführt werden.

### **2. Bestimmung des Stärkegehaltes.**

Die im Papier enthaltene Stärke wird durch *Säurehydrolyse* oder *enzymatische Hydrolyse* in Zucker übergeführt, der mit Hilfe eines der bekannten Verfahren<sup>6</sup> bestimmt wird.

<sup>1</sup> SCHULZE u. RIEGER: Papierfabrikant **32** (1934) S. 245.

<sup>2</sup> Bei manchen stark alkalisch reagierenden gestrichenen Papieren muß die Säurekonzentration entsprechend erhöht werden, damit der Auszug sauer reagiert.

<sup>3</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. V, S. 861 und ULLMANN: Enzyklopädie der technischen Chemie, Bd. III, S. 112.

<sup>4</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, Ergänzungswerk zur VIII. Auflage, Bd. III, S. 325.

<sup>5</sup> Konzentration etwa n/50.

<sup>6</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl. und Ergänzungswerk zu dieser Auflage. Berlin 1931—1934 und 1939—1940. — KAMM u. VOORHEES: Ref. Papierfabrikant **18** (1920) S. 307. — FRANKENBACH: Papierfabrikant **20** (1922) S. 1173. — GRUENMAN: Le Papier **37** (1934) S. 651. Ref. Chem. Zbl. Jg. 105 (1934) Bd. II, S. 2317.

**Verzuckerung mit Säure.** Nachstehend wird die Methode der Technical Association of the Pulp and Paper Industrie („Tappi“)<sup>1</sup> wiedergegeben:

Eine gute Durchschnittsprobe des zerkleinerten Papiers (mindestens 5 g in Schnitzeln von etwa 6 × 6 mm) wird nach Wägung in einem 500 cm<sup>3</sup>-Kolben unter Rückfluß mit einem Gemisch von 200 cm<sup>3</sup> Wasser und 5 cm<sup>3</sup> Eisessig 1½ h gekocht, auf einem BÜCHNER-Trichter abgesaugt und mit 50 cm<sup>3</sup> heißem Wasser gewaschen. Das Filtrat wird mit 15 cm<sup>3</sup> Salzsäure (37%ig) versetzt, 30 min gekocht, wobei das Volumen auf 200 cm<sup>3</sup> eingengt wird, und noch heiß mit Soda neutralisiert. Nach dem Auffüllen auf ein gemessenes Volumen (*V*) und Kühlung auf Raumtemperatur wird der erhaltene Auszug durch Einfließenlassen in eine gemessene Menge einer FEHLINGSchen Lösung, die auf 25 cm<sup>3</sup> verdünnt ist, titriert. Hierbei wird das Reaktionsgemisch nach Zugabe der einzelnen Anteile jedesmal 1 min gekocht. Der Endpunkt der Titration wird durch Tüpfeln mit je einem Tropfen Ferrocyaniumlösung und Eisessig bestimmt; er ist dann gegeben, wenn beim Zusammenbringen der Tropfen keine Farbreaktion mehr eintritt.

$$\text{Stärkegehalt des Papiers} = \frac{V \cdot F}{v \cdot E} \cdot 0,005 \cdot 100 = \frac{VF}{2vE} \quad (\text{in } \%, \text{ bezogen auf lufttrocknes Papier}).$$

*V* = Volumen, auf das der Auszug aufgefüllt wird (cm<sup>3</sup>),

*v* = Menge des bei der Titration verbrauchten Papierauszuges (cm<sup>3</sup>),

*F* = vorgelegte Menge FEHLINGScher Lösung (cm<sup>3</sup>),

*E* = Gewicht der Papierprobe (g).

*Herstellung der FEHLINGSchen Lösung:* 69,3 g kristallisiertes Kupfersulfat werden zu 1000 cm<sup>3</sup> gelöst; 346 g Seignettesalz und 120 g Natriumhydroxyd werden zu 1000 cm<sup>3</sup> gelöst; die Lösungen werden nach 2tägigem Stehen filtriert, gesondert aufbewahrt und unmittelbar vor dem Gebrauch zu gleichen Teilen gemischt.

*Ferrocyaniumlösung:* 10 g Kaliumferrocyanid zu 100 cm<sup>3</sup> gelöst.

In der oben angegebenen Gleichung für die Ausrechnung des Stärkegehaltes ist ein Zahlenfaktor 0,005 enthalten, der die Beziehung zwischen der verbrauchten Menge FEHLINGScher Lösung und dem Gewicht der titrierten Stärke darstellt. Dieser Faktor ist von der Art und Beschaffenheit der einzelnen Stärkesorten abhängig. Seine Bestimmung erfolgt durch Titration von 0,05 g Stärke nach Verzuckerung mit 30 cm<sup>3</sup> Salzsäure in der beschriebenen Weise.

**Enzymatische Verzuckerung.** Ein Abschnitt des Papiers (5 bis 10 g) wird durch 3malige Extraktion mit 70%igem angesäuertem Alkohol (0,5 cm<sup>3</sup> Eisessig auf 100 cm<sup>3</sup> Alkohol) auf dem Wasserbad vom Leimungsharz und sonstigen löslichen Anteilen (Salzen, Zucker) befreit, mit kaltem Wasser gewaschen, bei 105° getrocknet und gewogen. Anschließend erfolgt die Verzuckerung mit einem amylytischen Präparat, z. B. mit *Malzauszug*<sup>2</sup> (65 bis 70°) oder mit „*Diastafor*“ (anzuwenden in etwa 1/2%iger Lösung bei 50°, zuletzt bei 70°). Der beendete Abbau wird am Ausbleiben der Jodstärke-Reaktion erkannt. Nach der Hydrolyse wird die Probe zur Entfernung des Fermentes und des Stärkezuckers wiederholt mit heißem Wasser gewaschen und nach Trocknung bei 105° wieder gewogen. Der Stärkegehalt des Papiers ergibt sich aus der Gewichts Differenz.

## V. Montanwachs.

Eine spezifische Reaktion für den Nachweis von Montanwachs ist nicht bekannt. Um seine Anwesenheit festzustellen, insbesondere wenn das Papier auch harzgeleimt ist, wird nach MARCUSSON und LEDERER<sup>3</sup> in nachstehender Weise verfahren.

Eine größere Menge Papier (60 bis 100 g) wird dreimal im Kolben mit 100 bis 150 cm<sup>3</sup> Benzol-Alkohol (8 : 2) ausgekocht. Dieses Gemisch löst nicht nur Harz- und Montansäure, sondern auch ihre Tonerdesalze. Das Lösungsmittel wird nunmehr abdestilliert; der Rückstand liefert ein quantitatives Maß für die verwendeten Leimmittel. Ist der Rückstand harzartig spröde und tritt die MORAWSKISCHE Reaktion ein, so ist Harz zugegen. Andernfalls liegt Montanleim oder ein Gemisch von Montanleim mit Harz vor, das die MORAWSKISCHE Reaktion nicht

<sup>1</sup> Paper Testing Methods, S. 114. New York 1928. — Wbl. Papierfabr. **58** (1927) S. 668. — Abgeänderte Methode in Paper Trade J. Bd. 109 (1939) Nr. 10, S. 33 (T 419 m — 39).

<sup>2</sup> SCHUMANN, G.: Papierztg. **12** (1887) S. 389.

<sup>3</sup> MARCUSSON u. LEDERER: Chem. Umschau **38** (1931) Nr. 18, S. 253.

mehr gibt, wenn beim Lagern im Papier Oxydation eingetreten ist. Man erwärmt nun den Benzolextrakt mit 0,5 n-alkoholischer Kalilauge zur Überführung der vorliegenden Tonerdesalze in die Alkaliverbindungen und schüttelt das Unverseifbare nach HÖNIG und SPITZ<sup>1</sup> aus. Die alkalische Lösung liefert dann die Säuren, welche nach dem Veresterungsverfahren nach WOLFF und SCHOLZE<sup>2</sup> in Wachs- und etwa vorhandene Harzsäuren zerlegt werden. Zur näheren Kennzeichnung der Wachssäuren wird noch durch Titration das mittlere Molekulargewicht bestimmt. Es wurde bei Vorliegen eines dunklen Montanleimes zu 399, bei Verwendung eines hellen Leimes zu 405 gefunden. — Das vom Benzolalkoholauszug abgetrennte Papier kann noch in der üblichen Weise auf Tierleim usw. geprüft werden.

## VI. Selten vorkommende Leimmittel organischer Natur.

Gelegentlich werden bei der Papierleimung als Zusätze Wachse, Paraffin<sup>3</sup>, Stearin, Fette, Öle benutzt. Zu ihrer Erkennung werden möglichst große Mengen des Versuchsmaterials mit geeigneten Lösungsmitteln (Alkohol, Äther, Petroläther, Chloroform usw.) ausgezogen. Der Verdampfungsrückstand des Extraktes wird auf seine physikalische Beschaffenheit (Konsistenz, Farbe, Geruch, Fluoreszenz) und sein chemisches Verhalten (Säurezahl, Verseifungszahl, Art des unverseifbaren Anteils usw.) untersucht (vgl. die nachstehenden Ausführungen über die Untersuchung auf Art der Imprägnierung).

## VII. Mineralische Leimmittel.

Der Nachweis von *Wasserglas* und anderen mineralischen Leimstoffen, wie z. B. von *kolloider Tonerde* (Bentonit), wird durch rationelle Aschenanalyse geführt (vgl. S. 78 f.).

## VIII. Imprägnierungsmittel.

**Allgemeines.** Papiere und Pappen sowie aus Papierstoff geformte Gegenstände werden für bestimmte Zwecke in mannigfacher Weise imprägniert. Beabsichtigt wird hierbei die Erzielung besonderer Eigenschaften, wie z. B.:

Dichtigkeit gegen Wasser, Fette und Öle, organische Lösungsmittel, Wasserdampf, Luft und Gase;

Widerstandsfähigkeit gegen chemische Einwirkungen; Wetterbeständigkeit; besondere mechanische Eigenschaften (z. B. Dehnbarkeit, Steifigkeit); hohe Transparenz.

Als *Imprägniermittel* kommen hauptsächlich zur Verwendung:

Natürliche Harze und Wachse; Fette und Öle; Seifen; Kunstharze und Kunstwachse;

Naturkautschuk und synthetische Kautschuke; Chlorkautschuk; Vulkanisate; Mineralöle und Teeröle; Teer, Asphalt und Pech; Paraffin; Ceresin; Cellulose-derivate;

Stärke und Dextrin; Pflanzengummi; Pflanzenschleime; Tierleim; Kasein; pflanzliches und tierisches Eiweiß.

Als *Weichhaltungsmittel*: Glycerin, Glykol; Trikresylphosphat; Äthanolamine; Traubenzucker; Natriumlaktat; anorganische Salze.

Als *Zusätze* in Verbindung mit den genannten Mitteln:

Emulgier-, Stabilisier- und Dispergiermittel;

Gerb- und Härtungsmittel.

<sup>1</sup> Vgl. Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 458. Berlin 1931—1934.

<sup>2</sup> Vgl. Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 570. Berlin 1931—1934.

<sup>3</sup> Über die „Tappi“-Methode zur Bestimmung des Paraffingehaltes paraffinierter Papiere [T 405 m — 40] vgl. Paper Trade J. Bd. 110 (1940) Nr. 21, S. 46.

Die Imprägnierung erfolgt durch:  
 Zusatz im Holländer („Stoffimprägnierung“),  
 Tränkung des fertigen Papiers,  
 Oberflächenpräparierung (Lackieren, Gummieren),  
 Aufbringen eines „Striches“,  
 wobei die Imprägniermittel in festem oder flüssigem Zustand (Schmelzen), oder in Form von Lösungen, Emulsionen oder Dispersionen zur Anwendung kommen.

## 1. Vorprüfung.

Wegen der großen Zahl an Imprägniermitteln und ihrer Verschiedenartigkeit in stofflicher Hinsicht sowie der Anwendung von komplizierten Mischungen und der zunehmenden Benutzung von analytisch noch nicht genügend gekennzeichneten synthetischen Stoffen ist häufig die Erkennung der Art und die Bestimmung der Menge der Imprägnierung schwierig, in manchen Fällen überhaupt nicht möglich.

Da die systematische Untersuchung langwierig ist, sollte stets versucht werden, durch Vorprüfungen die Anwesenheit von Stoffen oder Stoffgruppen festzustellen, die wegen ihres Lösungsverhaltens oder ihres mengenmäßig hervortretenden Anteils bei der planmäßigen Prüfung besonders zu berücksichtigen sind. Andererseits kann die systematische Untersuchung unter Umständen wesentlich vereinfacht werden, wenn bestimmte Stoffe oder Stoffgruppen nicht zugegen sind.

Nachstehend sind einige Richtlinien für die Durchführung der Vorprüfung angegeben.

a) Äußerliche Merkmale. *Farbe und Geruch*. Phenolgeruch bei nicht ausgehärteten Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten; gelegentlich Formaldehyd-Geruch bei Harnstoff-Formaldehyd-Harzen; ferner charakteristischer Geruch bei Verwendung von Mohnöl, Firnis, Tierleim, Teer, Pech, Asphalt.

*Oberflächenbeschaffenheit* Samtartiger Griff bei Papieren mit hohem Kautschukgehalt.

*Transparenz*. Imprägnierung mit mineralischen und fetten Ölen.

b) Fluoreszenz im filtrierte Licht der Analysen-Quarzlampe<sup>1</sup>:

gelblichweiß . . . . .	Pflanzenöle; gelegentlich auch Mineralöle; Wollfett
gelblich . . . . .	Fette und Öle
gelbbraun . . . . .	Nitrocellulose
hellrosa bis rötlichgrau . . . . .	Paraffin
leuchtend weißblau . . . . .	Tierleim; Polyvinylchlorid
bläulichweiß . . . . .	Mineralöle; Harnstoff-Formaldehyd-Harze
bläulich . . . . .	Methyl-, Äthyl- und Benzyl-Cellulose
leuchtend bläulichviolett . . . . .	Kolophonium und seine künstlichen Ester; Phenol-Formaldehydharze; Polystyrol
dunkelviolet . . . . .	Cumaronharz

Das Verhalten unter der Quarzlampe ist jedoch nicht immer eindeutig, da das Auftreten der Lumineszenzfarben von der Schichtdicke und von der Vorgesichte der Imprägniermittel abhängig ist.

Wenn *Gemische* vorliegen, ist es zweckmäßig, das Versuchsmaterial mit spezifischen Lösungsmitteln für die vermuteten Imprägniermittel zu behandeln und die Fluoreszenz der Lösung und des Eindampfrückstandes zu beurteilen.

Zu berücksichtigen ist ferner die Eigenfluoreszenz der Faserstoffe:

Ungebleichter Sulfitzellstoff . . . . .	leuchtend violett
Holzschliff . . . . .	violettstichiges stumpfes Braun
Ungebleichter Natronzellstoff . . . . .	braun bis graubraun
Gebleichter Zellstoff . . . . .	} schwach gelblichweiß (nicht charakteristisch)
Baumwolle . . . . .	
Leinen . . . . .	

<sup>1</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 419 und Ergänzungsband I, S. 213; ferner H. SOMMER: Leipzig. Mschr. Textilind. **43** (1928) S. 433 u. 479. — G. BANDEL: Angew. Chem. **51** (1938) S. 570.

## c) Chemisches Verhalten.

α) Etwa 10 g des gut zerkleinerten Versuchsmaterials werden mit möglichst wenig 1%iger Natronlauge 10 min gekocht<sup>1</sup>; der Auszug wird filtriert und mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Die hierbei auftretenden Abscheidungen können enthalten:

Harzsäuren (von Leimungsharz stammend) und Fettsäuren (aus Seifen), Kasein und Eiweiß (nicht quantitativ), außerdem geringe Mengen an alkalilöslichen Kohlehydraten (Hemicellulosen) aus dem Fasermaterial.

Der angesäuerte Auszug wird ausgeäthert, der Verdunstungsrückstand der ätherischen Lösung auf Kolophonium und Fettsäuren geprüft (s. Tafeln A und B). Die wäßrige Lösung wird filtriert; der Niederschlag wird auf Anwesenheit von Proteinen untersucht (s. Tafeln C und D). Die Anwesenheit von Essigsäure im Auszug deutet auf Celluloseacetat (Geruch beim Kochen der schwefelsauren Lösung).

β) Eine kleine Probe des mit Natronlauge behandelten Fasermaterials wird im Reagensglas mit heißem Wasser kräftig geschüttelt. Wenn sie sich hierbei leicht in Einzelfasern zerteilen läßt und außerdem bei mikroskopischer Betrachtung nach Anfärbung mit Chlorzinkjodlösung (s. S. 36) frei von faserfremden Stoffen erscheint, kann geschlossen werden, daß wesentliche Mengen an *gehärtetem* Tierleim, Wachsen, Natur- und Kunstharzen, festen und flüssigen Kohlenwasserstoffen, Kautschuk u. ä. nicht zugegen sind. Die systematische Untersuchung beschränkt sich in diesem Falle auf die Feststellung der in verdünntem Alkohol, kaltem und heißem Wasser und verdünnten Alkalien löslichen Anteile<sup>2</sup>.

γ) Die Hauptmenge des alkalisch behandelten Fasermaterials wird nach gründlichem Auswaschen und Trocknen mit Äther ausgezogen. Der Rückstand der ätherischen Lösung wird mit 2 n-alkoholischer Kalilauge verseift; das Reaktionsgemisch wird in Wasser eingegossen; entsteht eine klare Lösung, so sind nur voll verseifbare Stoffe zugegen; ist die Lösung getrübt, können auch Wachse, Paraffin, Ceresin, ätherlösliche Kunstharze (z. B. Polyvinylacetat) zugegen sein. Gibt die wäßrige Lösung nach dem Ausäthern und Ansäuern beim Erhitzen eine Fällung oder ölige Ausscheidung, so liegen außerdem Harze und Fette vor. Die systematische Prüfung ist nach den Tafeln A und B vorzunehmen.

δ) Ein Teil des Extraktionsrückstandes wird, wie unter β) beschrieben, mikroskopisch auf Anwesenheit von Imprägniermitteln geprüft. Gegebenenfalls ist durch Anwendung weiterer Extraktionsmittel die Behandlung fortzusetzen. In Betracht kommen z. B.:

Aceton . . . . .	Cumaron, Natur- und Kunstharze, Cellulose- derivate, lösliche Anteile von Teeren
Chloroform . . . . .	Kautschuk, Chlorkautschuk
Pyridin . . . . .	Braun- und Steinkohlenteerpech
Chlorierte Kohlenwasserstoffe . . . . .	Kunstharze
Anisol } . . . . .	Vulkanisate (teilweise löslich); lösliche Anteile der synthetischen Kautschuke
Kresol }	

<sup>1</sup> Eine unter Umständen hierbei zu beobachtende Gelbfärbung der Lauge kann auf *Oxycellulosegehalt* des Fasermaterials zurückzuführen sein.

Braunfärbung der Lauge und Auftreten eines charakteristischen Geruches deutet auf Zusatz von *Lederabfällen* (Kunstleder; Schuhpappen). Der Nachweis erfolgt auf mikroskopischem Wege durch vergleichende Untersuchung von Fasermaterial, das mechanisch durch Abschaben erhalten wird, vor und nach erschöpfender Extraktion mit kochender 2%iger Natronlauge; Leder wird durch Chlorzinkjodlösung gelb bis braun gefärbt und zeigt faserige Struktur (s. S. 25 und 58).

<sup>2</sup> *Echtpergamentpapier* läßt sich durch Kochen mit verdünnter Natronlauge und darauf folgendem Schütteln mit Wasser nicht in Einzelfasern auflösen. Ebenso verhält sich *Vulkanfaser*, das durch Behandlung mit Chlorzink als Pergamentiermittel hergestellt wird. Die Feststellung, ob pergamentiertes Fasermaterial vorliegt, erfolgt durch Nachweis von *Amyloid* als dem wesentlichen Merkmal der Pergamentierung (vgl. S. 292). Spuren von Chlorzink deuten auf Vulkanfaser.

ε) Wenn die Lösungsversuche nicht zum Ziel führen, können vorliegen:  
Vulkanisate; synthetische Kautschuke und kautschukähnliche synthetische Hochpolymere;  
gehärtete Kunstharze (z. B. Hartpapiere mit „Bakelit“-Imprägnierung).

## 2. Systematische Untersuchung.

α) *Vorbereitung des Probematerials.* Das Versuchsmaterial wird in Stücke von etwa 5 mm<sup>2</sup> zerschnitten; vorteilhaft für die Zerkleinerung ist die vom „Unterausschuß für Faserstoffanalysen des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure“ für die Zerkleinerung von Zellstoffproben genormte „Flockenrapsel“<sup>1</sup>, insbesondere bei Materialien, die stark quellende Imprägniermittel enthalten. Dicke Pappen müssen vor der Zerteilung in dünne Lagen gespalten werden.

β) Die *Untersuchung* erfolgt je nach dem Ergebnis der Vorprüfung durch aufeinanderfolgende Behandlung des Versuchsmaterials mit:

verdünntem Alkohol (Tafel A, S. 71);

Petroläther (oder Äthyläther), sowie anderen organischen Lösungsmitteln (Tafel B, S. 72 und 73);

kaltem und heißem Wasser (Tafel C, S. 74);

verdünnten Alkalien (Tafel D, S. 75)

und Aufarbeitung der Extrakte nach den in den Tafeln A bis D angeführten Richtlinien<sup>2</sup>.

## 3. Besondere Verfahren.

a) Nachweis von Kautschuk und Kautschukvulkanisaten<sup>3</sup> (zu Tafel B, f). Zur Prüfung auf *Kautschuk* wird das Papier mit Chloroform extrahiert. Nach Verflüchtigung des Lösungsmittels hinterbleibt bei Anwesenheit von Kautschuk ein zäher und klebriger Rückstand, der beim Verbrennen einen charakteristischen Geruch entwickelt. Der Nachweis erfolgt durch Bildung des Tetra-bromids aus der Lösung in Chloroform auf Zusatz einer Lösung von Brom in Chloroform und Fällung mit Benzin oder Alkohol<sup>4</sup>.

Zur Trennung von Kautschuk aus einem Gemisch von Imprägniermitteln wird das Papier erst mit Aceton ausgezogen und dann mit Chloroform erschöpfend extrahiert. Von den hierbei noch mit in Lösung gehenden Stoffen, z. B. oxydierten Fetten und Ölen oder Teerölen, wird der Kautschuk durch Behandlung des Eindampfrückstandes mit alkoholischer Kalilauge oder mit zweckentsprechend gewählten Lösungsmitteln getrennt. Zur Unterscheidung von niedermolekularen und deshalb noch in Chloroform löslichen synthetischen Polymerisaten des Vinylchlorids muß der Eindampfrückstand nach Trocknen im Vakuum auf Chlor geprüft werden; Polyvinylchlorid enthält etwa 58% Chlor.

*Kautschukvulkanisate* im Papier werden durch Extraktion mit Anisol und Nachweis von Schwefel im eingedampften Rückstand festgestellt.

Bei hohem Gehalt an Kautschuk oder Vulkanisaten (z. B. Kunstleder) wird die Untersuchung zweckmäßig nach den für die Untersuchung von Gummiwaren ausgearbeiteten Methoden vorgenommen<sup>5</sup>.

b) Papiere mit gehärteten Tierleim-, Eiweiß- und Kaseinimprägnierungen (zu Tafel C). Mit *Formaldehyd* gegerbter Tierleim, gegerbtes

<sup>1</sup> Merkblatt 4 des genannten Unterausschusses.

<sup>2</sup> Vgl. MASSOT: Anleitung zur qualitativen Appretur- und Schlichtenanalyse, Berlin 1911 und A. HERZOG: Mikrochemische Papieruntersuchung, S. 46 ff. Berlin 1935.

<sup>3</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. V, S. 471 u. 582. — BURGSTALLER: Papierfabrikant 35 (1937) S. 46 u. 52.

<sup>4</sup> Die synthetischen „Buna“-Kautschuke geben dieselbe Bromreaktion wie die natürlichen. Über die Unterscheidung zwischen natürlichem und synthetischem Kautschuk siehe „Chemisch-technische Untersuchungsmethoden“, VIII. Aufl., Bd. V, S. 451 und BURGSTALLER: Papierfabrikant 35 (1937) S. 54.

<sup>5</sup> Vgl. Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 494 ff.



Eiweiß und Kasein sind vor der Extraktion zur Spaltung der schwer löslichen Anlagerungsverbindungen mit stark verdünnter Mineral- oder Essigsäure zu behandeln; dies geschieht am besten in der Kälte, nur bei Anwesenheit von großen Mengen an Imprägniermitteln ist  $\frac{1}{2}$ stündiges Erhitzen mit verdünnter Mineralsäure (3%ige Phosphorsäure) erforderlich.

*Nachweis von Formaldehyd*<sup>1</sup>. Das Versuchsmaterial wird längere Zeit (etwa 24 h) mit 3%iger Phosphorsäure bei Zimmertemperatur digeriert und anschließend einer Destillation unterworfen; der Nachweis des Aldehyds erfolgt im Destillat mit fuchsinschweflicher Säure<sup>2</sup> oder nach RATH<sup>3</sup> mit einer konzentrierten schwefelsauren Carbazollösung (blauer Niederschlag oder Blaufärbung nach Zusatz von 1 bis 2 cm<sup>3</sup> des Destillats zu 10 cm<sup>3</sup> der Reagenslösung).

c) Papiere mit Oberflächenbehandlung. Wenn gummierte oder gestrichene Papiere vorliegen, kann in besonderen Fällen eine getrennte Prüfung auf Art des verwendeten Klebstoffes oder Striches und auf Art der dem Stoff zugesetzten Imprägniermittel erfolgen, wenn der Klebstoff in kaltem Wasser löslich ist oder das Bindemittel des Striches hauptsächlich aus Kasein besteht.

Hierzu wird das Papier auf eine schräg gestellte Glasplatte gelegt und in ersterem Falle mit Wasser, in letzterem mit verdünntem Ammoniak unter Verwendung eines weichen Pinsels abgebürstet. Die auf diese Weise erhaltene wäßrige Klebstofflösung wird nach Tafel C geprüft. — Die durch Füllstoffe und andere unlösliche Anteile des Striches getriebene ammoniakalische Lösung wird eingedampft; der Rückstand wird auf Anwesenheit von Kasein, Wachs, anorganischen Füllstoffen und Pigmenten untersucht. Wenn das Kasein durch Formaldehyd gehärtet ist, wird der Strich vor dem Abbürsten mittels eines Wattebausches mit verdünnter Salzsäure befeuchtet; die Einwirkung der Säure soll mindestens 3 bis 4 h dauern.

Ist die oberflächlich aufgebrachte Imprägnierschicht nicht wasserlöslich, muß versucht werden, durch Abschaben soviel Material zu gewinnen, daß eine getrennte Untersuchung der Oberflächenschicht und des darunterliegenden Papiers möglich ist.

d) Quantitative Paraffinbestimmung an paraffinierten Papieren. 3 bis 5 g des Papiers werden in Streifen geschnitten und unter Rückfluß 6 h mit rückstandsfreiem Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Der Eindampfrückstand des Extraktes wird mit alkoholischer Kalilauge verseift; das Reaktionsgemisch wird in Wasser eingegossen, alkoholfrei gekocht und im Scheidetrichter wiederholt mit Petroläther ausgeschüttelt. Der Eindampfrückstand der Petroläther-Lösung kommt nach mehrstündiger Trocknung (105°) zur Wägung.

e) Quantitative Bestimmung von Glycerin (zu Tafel A).

1. 50 bis 100 g des Fasermaterials werden wiederholt mit heißem Wasser extrahiert. Die vereinigten Auszüge werden filtriert, auf etwa 20 cm<sup>3</sup> eingengt und nach dem Erkalten mit dem 10fachen Volumen Alkohol (96%ig) gefällt. Der entstehende Niederschlag (Dextrin, Stärke, Tierleim, Eiweiß, Pflanzengummi und -schleime) wird zentrifugiert oder 24 h absetzen gelassen, filtriert und mit Alkohol gewaschen. Wenn Traubenzucker zugegen ist, wird die auf 50 cm<sup>3</sup> eingengte alkoholische Lösung mit dem gleichen Volumen Äther versetzt, wobei der Traubenzucker ausfällt. Nach einigen Stunden wird filtriert und zur Trockene verdampft; der Eindampfrückstand wird mit etwa 100 cm<sup>3</sup> Wasser aufgenommen, zur Abscheidung der Fettsäure (aus Seifen stammend) mit Salzsäure versetzt, filtriert und auf 250 cm<sup>3</sup> aufgefüllt. Die Bestimmung des Glycerins kann hierauf nach der Bichromatmethode oder Acetinmethode erfolgen<sup>4</sup>.

<sup>1</sup> Über die *quantitative Formaldehydbestimmung* vgl.: ZUM TOBEL u. VOGEL: Zellwolle, Kunstseide 46 (1941) S. 59; W. WELTZIEN: Die quantitative Bestimmung des Formaldehydgehaltes quellfester Fasern. Zellwolle, Kunstseide, Seide 47 (1942) S. 197—200.

<sup>2</sup> Fuchsinschweflige Säure (SCHIFFSches Reagens) wird durch Einleiten von Schwefeldioxyd in eine 1%ige Fuchsinlösung bis zur fast vollständigen Entfärbung erhalten. Bei Anwesenheit von Formaldehyd rötet sich das Destillat nach Zusatz des Reagens.

<sup>3</sup> RATH, H.: Klepzigs Text.-Z. 40 (1937) S. 292.

<sup>4</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 456 u. 584.

Tafel A.

Die nach a) vorbereitete Probe wird 3mal mit <i>Alkohol</i> (70%ig) unter Erwärmen ausgezogen; dem Lösungsmittel werden zur Zersetzung der Harzseifen auf je 100 cm <sup>3</sup> 10 Tropfen Eisessig zugesetzt:		
<p><i>Kolophonium</i> (als Leimungsharz zugesetzt)</p> <p><i>Akaroidharz</i><sup>1</sup></p> <p><i>Sulfonierte Fette und Öle</i> (z. B. Türkischrotöl)</p> <p><i>Rizinusöl</i> (zum Teil emulgiert<sup>2</sup>)</p> <p><i>Glycerin, Glykol</i> („Glyzerogen“ u. ä.)</p> <p><i>Äthanolamine</i></p> <p><i>Traubenzucker</i> u. ä.</p> <p><i>Natriumlaktat</i></p>		Der Auszug wird heiß filtriert; nach Zusatz von konzentrierter Salzsäure wird der Alkohol durch Kochen entfernt, der Auszug wird nach dem Erkalten mit Äther ausgeschüttelt <sup>3</sup> .
Der <i>alkoholische Auszug</i> kann enthalten:	<p>Der <i>ätherische Extrakt</i> enthält:</p> <p><i>Harzsäuren</i></p> <p><i>Fettsäuren</i> (aus sulfonierten Ölen)</p> <p><i>Rizinusöl</i></p> <p>Der Eindampfrückstand des Ätherextraktes wird mit Alkohol aufgenommen und zur Abtrennung des Rizinusöls mit Petroläther ausgeschüttelt:</p> <p>Im Eindampfrückstand der <i>alkoholischen Lösung</i> wird <i>Rizinusöl</i> durch Überführung in Sebazinsäure nachgewiesen (HOLBE: Untersuchung der Kohlenwasserstofföle und Fette, 6. Aufl., S. 734).</p>	<p>Die <i>wäßrige Lösung</i> wird eingeengt, in mehrere Teile geteilt und für den Nachweis von <i>Weichhaltungsmitteln</i> benutzt:</p> <p>1. Der bei 105° getrocknete Rückstand ist bei Gegenwart von Glycerin<sup>4</sup> oder Glykol dickflüssig und erstarrt auch nicht beim Erkalten; wird der Rückstand mit Kaliumbisulfat erhitzt, entwickeln sich Dämpfe, die ammoniakalische Silberlösung reduzieren: <i>Acetaldehyd</i> aus <i>Glykol</i> und <i>Acrolein</i> aus <i>Glycerin</i> (Acrolein ist am stechenden Geruch zu erkennen und mikrochemisch nach BEHRENS mit Paraphenylhydrazin nachzuweisen). Spezifisch für Glycerin ist Benzanthronreaktion nach SCHÜTZ (s. S. 72 f.). (Quantitative Glycerinbestimmung siehe S. 70, 72 f.)</p> <p>2. <i>Athanolamine</i> (Mono-, Di- und Tri-) geben auf Zusatz von Natronlauge und Kupfersulfat eine hitzebeständige Blaufärbung [ZAPARNIK: Chemist-Analyst, Bd. 21 (1932) Nr. 2].</p> <p>3. <i>Traubenzucker</i> reduziert aus FEHLINGScher Lösung beim Erhitzen rotes Kupferoxydul.</p> <p>4. <i>Milchsäure</i>, aus Natriumlaktat freigesetzt, wird wie folgt nachgewiesen: 1 cm<sup>3</sup> des Auszuges wird mit dem 10fachen Volumen konzentrierter Schwefelsäure versetzt und 2 min auf dem Wasserbad erwärmt. Bei Anwesenheit von Milchsäure tritt ein charakteristischer Aldehydgeruch auf (andere Reaktionen in BEILSTEIN: Handbuch der organischen Chemie, IV. Aufl., S. 276).</p>
		Der Rückstand nach Tafel B weiter geprüft.

<sup>1</sup> Akaroidharz besteht hauptsächlich aus Erythroresinotannol („rotes Harz“) oder Xanthoresinotannol („gelbes Harz“); außerdem sind in kleinen Mengen freie Paracumarsäure und Zimtsäure enthalten (WIßNER: Die Rohstoffe des Pflanzenreiches, 4. Aufl., Bd. 1, S. 1929). Die Akaroidharze geben in alkoholischer Lösung nach Zusatz von Eisenchlorid (alkoholisch gelöst) eine tiefbraune Färbung.

<sup>2</sup> u. <sup>3</sup> Wenn der Auszug Rizinusöl in emulgierter Form enthält, wird er vor der Filtration abgekühlt und mit Äther bis zur vollständigen Auflösung des Öles versetzt.

<sup>4</sup> Der unter dem Namen „Glyzerogen“ im Handel befindliche Austauschstoff für Glycerin ist diesem in seinen Eigenschaften sehr ähnlich und gibt auch die für Glycerin charakteristischen Reaktionen. Nach Mitteilung der Herstellerfirma handelt es sich bei diesem Produkt um mehrwertige Alkohole, die bei der Holzverzuckerung anfallen.

Der Rückstand wird nach dem Trocknen mit *Petroläther*<sup>1</sup> unter Rückfluß extrahiert, wobei *synthetische Wachse*;

Der Auszug wird zur Trockene verdampft und mit *alkoholischer Kalilauge* unter Rückfluß alkohole nach HÖNIG und SPRITZ oder bei Gegenwart

Aus der Seifenlösung werden die *Harz- und Fettsäuren* mit verdünnter Schwefelsäure abgeschieden und mit Petroläther (oder Äthyläther) ausgeschüttelt<sup>6</sup>; der Rückstand der ätherischen Lösung wird nach WOLFF und SCHOLZE zur Trennung von Harz- und Fettsäuren methyliert<sup>7</sup>.

Trennung und Identifizierung der Fettsäuren nach den üblichen Methoden<sup>8</sup>.

Bei geringen Mengen an Probematerial muß versucht werden, die Anwesenheit der Fett- und Ölsäuren mikrochemisch nachzuweisen:

1 Tropfen der konzentrierten Seifenlösung wird auf dem Objektträger mit 1 Tropfen Kalziumacetatlösung (20%ig) zusammengebracht: die entstehende Kalkseife erscheint unter dem Mikroskop als häutiger Niederschlag von kernig spröder Beschaffenheit. Ab und zu sind flachzylindrische, in der Querrichtung zerfallende Stücke sichtbar. Der Niederschlag ist in der Aufsicht bläulich, in der Durchsicht bräunlich. (Vgl. A. HERZOG<sup>9</sup>: Verseifungsreaktion von H. MOLISCH, Ölsäurereaktion nach NESTLER und Acroleinreaktion nach BEHRENS.)

Der unverseifbare Anteil des Petrolätherextraktes kann enthalten:

*Sterine* und *Wachsalkohole* der natürlichen Fette und Wachse, *Paraffin* und *Ceresin*, *Mineralöle* und *Teeröle*, sowie die unverseifbaren Bestandteile der *synthetischen Wachse*<sup>3</sup>.

Die Identifizierung erfolgt nach speziellen Methoden<sup>10</sup>.

<sup>1</sup> Bei Anwesenheit von *oxydierten Harzen und Fetten* wird an Stelle von Petroläther Äthyläther verwendet.

<sup>2</sup> Mit Ausnahme von *Rizinusöl*; dieses wird jedoch bei der vorausgehenden Extraktion mit Alkohol entfernt.

<sup>3</sup> Lediglich *Montanwachs* und *chinesisches Wachs* gehen hierbei schwer in Lösung; letzteres wird für Imprägnierzwecke kaum verwendet, ersteres wird gesondert bestimmt (s. S. 65). — Über die Verwendung von *synthetischen Wachsen* für Papierimprägnierung und Appretierung siehe F. OHL: Klepzig's Text.-Z. **40** (1937) S. 700 u. 710. Ferner Papierztg. **65** (1938) S. 814 u. 1411. Nach OHL werden hochmolekulare Kohlenwasserstoffe, Chlor-Naphthaline, hochmolekulare Alkohole, Säuren (z. B. Montansäuren) und deren Ester mit Glycerin oder Glykol u. ä. m. als Austauschstoffe für Naturwachs und deren Kompositionen in den Handel gebracht. Über die Eigenschaften sowie über die chemischen und physikalischen Konstanten der „I.G.-Wachse“ siehe besondere Druckschrift „I.G. 1418d“ der I.G. Farbenindustrie AG.

<sup>4</sup> <sup>5</sup> u. <sup>6</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 458, 459 u. 460.

<sup>7</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 571.

<sup>8</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 461 ff.

<sup>9</sup> HERZOG, A.: Mikrochemische Papierprüfung, S. 50. Berlin 1935.

<sup>10</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 473 ff. u. 986 ff.

<sup>11</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 532.

<sup>12</sup> HERZOG, A.: Mikrochemische Papierprüfung, S. 48. Berlin 1935.

2. Von F. SCHÜTZ<sup>1</sup> wird die folgende kolorimetrische Bestimmung angegeben, die auch bei Gegenwart von oxydierbaren Stoffen anwendbar ist. Zur Ausführung der Bestimmung behandelt man z. B. 1 g Echtpergamentpapier, dessen Glyzeringehalt zwischen 1 bis 5% schwankt, 3mal nacheinander mit etwa 30 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser und füllt die vereinigten Extrakte auf 100 cm<sup>3</sup> auf. Zum Nachweis genügen 2 cm<sup>3</sup> dieser Lösung, also 0,2 bis 1,0 mg Glycerin, die man in einem Reagensglas mit 4 cm<sup>3</sup> einer 0,1%igen Lösung von *Anthron*<sup>2</sup> in konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Beim Vermischen der beiden Lösungen erhitzt sich die Flüssigkeit bereits beträchtlich, zeigt aber noch keine nennenswerte Färbung.

<sup>1</sup> SCHÜTZ, F.: Papierfabrikant **36** (1938) S. 55.

<sup>2</sup> Über die Herstellung von Anthron siehe F. SCHÜTZ: Papierfabrikant **36** (1938) S. 55.

fel B.

---

*Harze, Fette<sup>2</sup> und Wachse<sup>3</sup> in Lösung gehen; ferner werden ausgezogen: Paraffin, Ceresin; Mineralöl; Teeröle.*

---

verseift (1 h); aus dem Reaktionsgemisch werden das Unverseifbare und die Wachs- von erheblichen Wachsmengen nach DONATH abgetrennt<sup>4, 5</sup>:

---

Im Rückstand können unter anderem noch folgende Imprägniermittel zugegen sein:

- a) schwer lösliche *Naturharze*;
- b) *Kunstharze* und *synthetische Harze*; *Chlorkautschuk*;
- c) *Celluloseabkömmlinge*;
- d) *Braun- und Steinkohlenteer*;
- e) *oxydierte Fette* (Firnisse); *Kasein* (s. Tafel C);
- f) natürlicher und synthetischer *Kautschuk*; *Vulkanisate*;
- g) *Stärke- und Stärkeabbauprodukte*; *Tierleim*; *Eiweiß*; *Pflanzengummi*; *Pflanzenschleime* (s. Tafel C).

Zu a): z. B. *Kopale, Elemi, Sandarak, Schellack*; die Trennung und Identifizierung erfolgt auf Grund des Lösungsverhaltens und der physikalischen und chemischen Kennzahlen<sup>11, 12</sup>.

Zu b): z. B. *künstliche Ester der Naturharze*; *Phenol- und Harnstoff-Formaldehydharze*; *Cumaronharze*; *Polyvinylester*; *Polyakrylsäure* und deren *Ester*; *Polystyrol*; *Mischpolymerisate*. Das Probematerial wird mit geeigneten Lösungsmitteln extrahiert; der Nachweis erfolgt an den Eindampfrückständen auf Grund des Verhaltens bei der trocknen Destillation, des Gehaltes an Stickstoff, Schwefel, Phosphor und Chlor, der Verseifungszahl und von Spezialreaktionen<sup>13</sup> [vgl. L. METZ: *Kunststoffe* 27 (1937) S. 267]. — W. ESCH: *Kunststoffe* 28 (1938) S. 226 und „Chemisch-technische Untersuchungsmethoden“, VIII. Aufl., Erg.-Bd. III, S. 445 ff. — G. BANDEL: *Z. angew. Chem.* 51 (1938) S. 570.

Zu c): Für die Imprägnierung „im Stoff“ werden in neuerer Zeit *Nitro- und Acetylcellulose* in Form von Emulsionen verwendet. Der Nachweis des Nitrates erfolgt in bekannter Weise mit Diphenylamin-Schwefelsäure am Eindampfrückstand des Aceton- oder Äther-Alkohol (1 : 1)-Rückstandes. Zur Prüfung auf Acetylcellulose wird das mit 70%igem Alkohol und Petroläther vorbehandelte Papier zur Verseifung des Acetats mit n-Natronlauge bei 50 bis 60° ausgezogen; im Eindampfrückstand wird die Essigsäure nach D. KRÜGER und E. TSCHIRCH mit Jod-Lanthannitrat oder Uranylformiat nachgewiesen. Zur Trennung von alkalilöslichen Bestandteilen kann an Stelle von Natronlauge Chloroform für die Extraktion verwendet werden; für die Verseifung wird in diesem Falle der Verdunstungsrückstand des Chloroformauszuges<sup>14</sup> herangezogen.

Über den Nachweis von *Methylcellulose*: R. BRAUKMEYER u. FR. BÜHL: *Melliand Textilber.* 19 (1938) S. 518.

Zu d): Die Anwesenheit von *Natur- und Erdölasphalt* (Bitumen), *Kohlen- und Holzteeren*, ist im allgemeinen schon an der Farbe und dem charakteristischen Geruch dieser Stoffe zu erkennen. Der Nachweis erfolgt auf Grund des Lösungsverhaltens, des Gehaltes an Schwefel und an kohleartigen, benzolunlöslichen Anteilen, des Verhaltens beim Sulfonieren, der Diazoreaktion und der Antrachinonprobe usw.<sup>15, 16</sup>.

Zu f): Siehe S. 69.

<sup>13</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 296 u. Bd. V, S. 820 ff.

<sup>14</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. V, S. 654.

<sup>15</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 371.

<sup>16</sup> Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 361.

---

Beim weiteren Erhitzen auf Temperaturen von 100 bis 120° erscheint jedoch bald eine rötlichgelbe Färbung, die bei 170 bis 175° dunkler wird und ihre größte Intensität erlangt. Zugleich tritt eine äußerst charakteristische intensiv rötlichgelbe Fluoreszenzfarbe auf, deren Stärke besonders bei weiterer Verdünnung mit konzentrierter Schwefelsäure hervortritt. Die im auffallenden Licht klar erkennbare Fluoreszenz ist für den eindeutigen Nachweis von Glycerin entscheidend, während der Grad der Rotfärbung im durchfallenden Licht von der vorhandenen Glycerinmenge abhängt und sich daher zum kolorimetrischen Vergleich mit in gleicher Weise behandelten Lösungen bekannten Glyceringehalten sehr gut eignet. Bei Abwesenheit von Glycerin entsteht beim Erhitzen des Gemisches in den angegebenen Mengenverhältnissen eine nur schwach gelbliche Färbung, die bei gleichzeitiger Anwesenheit größerer Mengen der eingangs erwähnten Begleitstoffe

## Tafel C.

Das Problematerial wird von Aceton befreit und dreimal mit kaltem Wasser extrahiert, die wäßrigen Auszüge werden vereinigt, filtriert und eingeengt:

<p>Der Rückstand wird dreimal mit kochendem Wasser extrahiert (je 1/2 l); die wäßrigen Lösungen werden vereinigt, filtriert und eingeengt; der Auszug kann unter anderem enthalten: Stärke; Pflanzengummi, Pflanzenschleime; Tierleim; Eiweiß; Eiabblum; Blutaabblum; Pflanzeneiweiß. Der Auszug wird in zwei Teile geteilt:</p>	<p>Ein kleiner Teil wird mit verdünnter Jodkaliumlösung auf Anwesenheit von Stärke geprüft; blauer Niederschlag oder Blaufärbung, die beim Erhitzen verschwindet, beim Erkalten wiederkehrend</p>	<p>Der Rückstand wird dreimal mit kochendem Wasser extrahiert (je 1/2 l); die wäßrigen Lösungen werden vereinigt, filtriert und eingeengt; der Auszug kann unter anderem enthalten: Stärke; Pflanzengummi, Pflanzenschleime; Tierleim; Eiweiß; Eiabblum; Blutaabblum; Pflanzeneiweiß. Der Auszug wird in zwei Teile geteilt:</p>	<p>Wenn Stärke zugegen ist, wird der zweite größere Teil des Auszuges mit einem möglichst geringen Überschuß an verdünnter Jodkaliumlösung unter Zusatz von etwas festem Ammoniumchlorid versetzt und über Nacht stehen gelassen. Danach wird von der ausgeschiedenen Jodstärke filtriert, 15 min gekocht, nach dem Erkalten in das tofache Volumen Alkohol (96%ig) eingegossen und 24 h absetzen gelassen, filtriert, mit Alkohol nachgewaschen und in heißem Wasser gelöst; die wäßrige Lösung wird in zwei Teile geteilt:</p>
<p>Der zweite Teil der Lösung wird für den Nachweis von Tierleim und Eiweiß (Eiabblum, Blutaabblum und Pflanzeneiweiß) benutzt.</p>	<p>Der eine Teil wird zur Ausfällung der Pflanzengummi und Pflanzenschleime mit basischem Bleiacetat (Bleessig) versetzt. Der entstandene Niederschlag wird filtriert und am Filter mit 50%iger Essigsäure 1 h digeriert; die Lösung wird vom Niederschlag getrennt:</p>	<p>Der zweite Teil der Lösung wird für den Nachweis von Tierleim und Eiweiß (Eiabblum, Blutaabblum und Pflanzeneiweiß) benutzt.</p>	<p>Der zweite Teil der Lösung wird für den Nachweis von Tierleim und Eiweiß (Eiabblum, Blutaabblum und Pflanzeneiweiß) benutzt.</p>
<p>Die Lösung wird mit basischem Bleiacetat und Natronlauge versetzt, bis der zunächst entstandene PbSO<sub>4</sub>-Niederschlag wieder gelöst ist und dann kräftig geschüttelt; wenn sich nach einiger Zeit weiße Flocken ausscheiden und an der Oberfläche sammeln, ist Gummiarabikum zugegen.</p>	<p>Die Lösung enthält die Pflanzenschleime sowie Traubenzucker. Er wird in heißem Wasser gelöst, die Lösung wird vom ausgeschiedenen Bleiniederschlag filtriert:</p>	<p>Gemeinsame Reaktionen:</p>	<p>Gemeinsame Reaktionen:</p>
<p>Spezielle Reaktionen (auszuführen mit der wäßrigen Lösung des Alkoholniederschlages, s. oben!): Eisenchlorid in wäßriger neutraler Lösung fällt Gummiarabikum quantitativ aus; Fehlingsche Lösung und Natronlauge geben einen weißen flockigen Niederschlag;</p>	<p>es entsteht eine Trübung; Isobutylaldehyd Moos</p>	<p>Tanninlösung gibt Fällungen von wechsellösl. Bestandteilen gegen Salzsäure; MULLONS Reagens fällt in der Hitze einen ziegelroten, flockigen Niederschlag; FEHLINGSche Lösung bewirkt in der Wärme violette Färbung (BIRKERS-Reaktion); Phosphor-Molybdänsäure gibt eine weiße Fällung.</p>	<p>Tanninlösung gibt Fällungen von wechsellösl. Bestandteilen gegen Salzsäure; MULLONS Reagens fällt in der Hitze einen ziegelroten, flockigen Niederschlag; FEHLINGSche Lösung bewirkt in der Wärme violette Färbung (BIRKERS-Reaktion); Phosphor-Molybdänsäure gibt eine weiße Fällung.</p>
<p>Guajaklösung und einige Tropfen Wasserstoffsuperoxyd geben mit konzentrierter Gummilösung Gelb- oder Rotfärbung; Orcinlösung und Salzsäure geben beim Kochen violette Färbung unter Abscheidung eines indigoblauen Niederschlages</p>	<p>keine Trübung; es wird verdünnte Salzsäure zugesetzt:</p>	<p>Unterscheidungsreaktionen:</p>	<p>Unterscheidungsreaktionen:</p>
<p>Guajaklösung und einige Tropfen Wasserstoffsuperoxyd geben mit konzentrierter Gummilösung Gelb- oder Rotfärbung; Orcinlösung und Salzsäure geben beim Kochen violette Färbung unter Abscheidung eines indigoblauen Niederschlages</p>	<p>keine Trübung; es wird verdünnte Salzsäure zugesetzt:</p>	<p>Die Tanninfärbung ist in Salzsäure teilweise löslich; beim Erwärmen ballt sich der Niederschlag zu zähen, an der Gefäßwand haftenden bräunlichen Flocken: Tierleim.</p>	<p>Die Tanninfärbung ist in Salzsäure teilweise löslich; beim Erwärmen ballt sich der Niederschlag zu zähen, an der Gefäßwand haftenden bräunlichen Flocken: Tierleim.</p>
<p>Guajaklösung und einige Tropfen Wasserstoffsuperoxyd geben mit konzentrierter Gummilösung Gelb- oder Rotfärbung; Orcinlösung und Salzsäure geben beim Kochen violette Färbung unter Abscheidung eines indigoblauen Niederschlages</p>	<p>Trübung: keine Trübung; Agar Tragant</p>	<p>Auf Zusatz von konzentrierter Natronlauge und basischem Bleiacetat fällt ein weißer Niederschlag, der sich beim Kochen nicht verändert: Tierleim; wenn sich der Niederschlag (infolge Abscheidung von Schwefelblei) schwarz färbt: Eiweiß.</p>	<p>Auf Zusatz von konzentrierter Natronlauge und basischem Bleiacetat fällt ein weißer Niederschlag, der sich beim Kochen nicht verändert: Tierleim; wenn sich der Niederschlag (infolge Abscheidung von Schwefelblei) schwarz färbt: Eiweiß.</p>
<p>Guajaklösung und einige Tropfen Wasserstoffsuperoxyd geben mit konzentrierter Gummilösung Gelb- oder Rotfärbung; Orcinlösung und Salzsäure geben beim Kochen violette Färbung unter Abscheidung eines indigoblauen Niederschlages</p>	<p>Trübung: keine Trübung; Agar Tragant</p>	<p>Verdünnte Salpetersäure gibt eine weiße flockige Fällung; beim Erwärmen färben sich die Flocken gelb; Eiweiß.</p>	<p>Verdünnte Salpetersäure gibt eine weiße flockige Fällung; beim Erwärmen färben sich die Flocken gelb; Eiweiß.</p>
<p>Guajaklösung und einige Tropfen Wasserstoffsuperoxyd geben mit konzentrierter Gummilösung Gelb- oder Rotfärbung; Orcinlösung und Salzsäure geben beim Kochen violette Färbung unter Abscheidung eines indigoblauen Niederschlages</p>	<p>Trübung: keine Trübung; Agar Tragant</p>	<p>Folgende Reagenzien wirken auf Eiweiß fallend:</p>	<p>Folgende Reagenzien wirken auf Eiweiß fallend:</p>
<p>Guajaklösung und einige Tropfen Wasserstoffsuperoxyd geben mit konzentrierter Gummilösung Gelb- oder Rotfärbung; Orcinlösung und Salzsäure geben beim Kochen violette Färbung unter Abscheidung eines indigoblauen Niederschlages</p>	<p>Trübung: keine Trübung; Agar Tragant</p>	<p>Zur Trennung von Tierleim und Eiweiß wird die wäßrige Lösung mit verdünnter Essigsäure gekocht oder mit einer Salzlösung geschüttelt. Der entstandene Niederschlag wird filtriert; mit dem Filtrat werden folgende Tierleimreaktionen ausgeführt:</p>	<p>Zur Trennung von Tierleim und Eiweiß wird die wäßrige Lösung mit verdünnter Essigsäure gekocht oder mit einer Salzlösung geschüttelt. Der entstandene Niederschlag wird filtriert; mit dem Filtrat werden folgende Tierleimreaktionen ausgeführt:</p>

Tafel D.

Das Versuchsmaterial wird etwa 24 Stunden mit einer 1%igen Boraxlösung in der Kälte behandelt, wobei Kasein in Lösung geht; der schwach alkalische Auszug (Reaktion prüfen!) wird filtriert, eingengt und für den Nachweis von *Kasein* verwendet; der Extraktionsrückstand wird auf Anwesenheit von *Firniss* geprüft:

Ein Teil des Auszuges wird mit verdünnter Salpetersäure gekocht: *Kasein*<sup>1</sup> scheidet sich in Form von Flocken aus, die sich beim Erhitzen gelb färben.

Im zweiten Teil des Auszuges wird die Anwesenheit von Kasein durch die MILLONSche Reaktion usw. bestätigt. Spezifisch ist die Reaktion nach ADAMKIEWICZ: Violettfärbung nach Zusatz eines Gemisches von 1 Vol. konzentrierter Schwefelsäure und 2 Vol. Eisessig.

Der Rückstand wird mit 10%iger Sodalösung oder alkoholischer Kalilauge  $\frac{1}{2}$  h gekocht, wobei *Firnisse* mit rotbrauner Farbe in Lösung gehen. Nach Verdünnen mit heißem Wasser und Auskochen des Alkohols wird mit verdünnter Schwefelsäure gefällt. Die weitere Untersuchung erfolgt nach den in der Spezialliteratur beschriebenen Methoden<sup>2</sup>.

meistens etwas dunkler ausfällt, niemals aber die intensive Fluoreszenz zeigt, die für Glycerin spezifisch ist<sup>3</sup>.

Die Empfindlichkeitsgrenze liegt bei Verdünnungen von 1 : 50000 in Wasser, entsprechend  $\frac{1}{500}$  mg je cm<sup>3</sup>.

Diese hochempfindliche Farbreaktion beruht auf der Bildung von Benzanthron, das die oben beschriebenen Farberscheinungen in Schwefelsäurelösung noch in den allergrößten Verdünnungen hervorruft und sich sehr leicht durch Kondensation von Acrolein CH<sub>2</sub>=CH—CHO mit Anthron bzw. Anthranol in heißer wasserhaltiger Schwefelsäure bildet.

f) Nachweis der Art der Farbstoffe in gefärbten oder bedruckten Papieren. Der Nachweis erfolgt in gleicher Weise wie bei der Untersuchung von gefärbten Textilien durch Anwendung von Gruppen- und Einzelreaktionen<sup>4</sup>. Im allgemeinen wird man sich auf die Feststellung der Gruppenzugehörigkeit der Farbstoffe beschränken müssen, weil wegen der großen Anzahl der in Betracht kommenden Farbstoffe mit ähnlichem Verhalten innerhalb der einzelnen Gruppen und der oftmals geringen für die Untersuchung zur Verfügung stehenden Materialmenge eine genaue Identifizierung schwierig oder auch häufig unmöglich ist, insbesondere wenn Farbstoffgemische vorliegen<sup>5</sup>.

g) Nachweis von Tannin. Beim Färben oder Bedrucken von Papieren aus gebleichtem Zellstoff oder aus Hadern mit basischen Farbstoffen werden diese mit Tannin an die Faser fixiert. Um die Anwesenheit von Tannin nachzuweisen, wird bei hellen Färbungen Ferrichlorid aufgetüpfelt, wobei sich Tannin durch die Bildung schwarzgrüner Farbflecke zu erkennen gibt. Die Empfindlichkeitsgrenze der Reaktion liegt bei etwa 0,4% freiem Tannin, bezogen auf das Gewicht des Papiers. Auf geringere Mengen spricht die *Titanreaktion* nach HALLER<sup>6</sup> an: Ein Probestreifen des Papiers wird zur Hälfte in eine kochende 0,5% ige Titantrichloridlösung eingehängt. Das Reagens verbindet sich mit dem Tannin zu einem orange gefärbten Farblack (Titanannat), während gleichzeitig viele Farbbasen reduziert werden. Dies läßt die Beobachtung der Farblackbildung auch bei dunklen Färbungen zu. Liegen jedoch schwer reduzierbare Farbstoffe vor (z. B. Viktoriablau, Äthylviolett, Kristallviolett, Rhodamine), wird das Papier (5 bis 10 g) nach einem Vorschlag von BURGSTALLER<sup>7</sup> mit siedendem Alkohol extrahiert. Der Auszug wird auf etwa 10 cm<sup>3</sup> eingengt und auf dem Wasserbad mit dem gleichen Volumen einer 2%igen *alkoholischen* Reagenslösung behandelt. Das Annat scheidet sich allmählich in orange gefärbten Flocken aus.

## C. Aschengehalt — Art und Menge der Füllstoffe.

**Allgemeines.** Die anorganischen Anteile des Papiers können aus verschiedenen Quellen stammen; zunächst aus dem zur Herstellung des Papiers

<sup>1</sup> Vgl. S. 63.

<sup>2</sup> Zum Beispiel, „Chemisch-technische Untersuchungsmethoden“, VIII. Aufl., Bd. IV, S. 539.

<sup>3</sup> Ferner für diejenigen einfachen Derivate des Glycerins, die durch Erhitzen mit wasserhaltiger Schwefelsäure leicht in Glycerin bzw. Acrolein übergehen, z. B. Triacetin oder Epichlorhydrin.

<sup>4</sup> HEERMANN, P.: Färberei- und textilchemische Untersuchungen, VII. Aufl., S. 319 ff. Berlin 1940.

<sup>5</sup> Näheres bei M. GRUNDY: Paper Makers J. 85 (1933) S. 102.

<sup>6</sup> HALLER: Chemiker-Ztg. 41 (1917) S. 859.

<sup>7</sup> BURGSTALLER, F.: Wbl. Papierfabr. 68 (1937) S. 298.

verwendeten *Rohmaterial* (Lumpen, Zellstoffe, Holzschliff, Altpapier), sodann aus den zum *Leimen* verwendeten Materialien, und schließlich können sie dem Papier direkt als *Füllstoffe* oder als *mineralische Fasern* (Asbest, Glas- und Schlackenwolle) zugesetzt sein.

a) Die Pflanzenzellen enthalten auch im reinsten Zustand (Baumwolle) geringe Mengen anorganischer Verbindungen, und zwar sind *Kalk* und *Kieselsäure* die am meisten vorkommenden, der Kalk in Verbindung mit *Oxalsäure* und *Kohlensäure*, die Kieselsäure als solche.

In der Zahlentafel 1 sind einige Angaben über den Aschengehalt verschiedener Roh- und Halbstoffe zusammengestellt. Es ist ersichtlich, daß er sich bei den Halbzeugen, Zellstoffen und beim Holzschliff dem Wert 1,0 nähert. Demgegenüber weisen einige ausländische Faserarten einen weit höheren Gehalt auf, wie z. B. *Adansoniafasern* (vgl. S. 18) mit 5,7 bis 7,2%.

b) Das zum Ausfällen der Leimmittel dem Papierstoff im Holländer zugesetzte Aluminiumsulfat wird vom Fasermaterial in beträchtlicher Menge zurückgehalten, wodurch der Aschengehalt um 1% erhöht werden kann.

c) Der wesentlichste Anteil der Asche der meisten Papiere rührt jedoch von mineralischen Füllstoffen her. Hauptsächlich verwendet werden:

*Kaolin* (Ton, Bleicherde, Porzellanerde, China Clay) (Aluminiumsilikat).

*Gips* (Annaline, Lenzin, Blütenweiß) (Kalziumsulfat);

*Schwerspat* (Bariumsulfat);

*Permanenteiß* (Blanc-fixe, Blanc-Perle) (künstlich hergestelltes Bariumsulfat);

*Titanweiß* (Titandioxyd);

*Asbestine, Talkum* (vorzugsweise Magnesiumsilikat) und andere.

Zahlentafel 1. Aschengehalt verschiedener Roh- und Halbstoffe.

Bezeichnung der Stoffe	Aschengehalt %	Bezeichnung der Stoffe	Aschengehalt %
<i>a) Lumpen:</i>		<i>c) Halbzeuge:</i>	
Baumwollhadern . . . . .	0,75—5,80	Leinenhalbstoff (ungebleicht) .	0,40—1,58
Leinenhadern . . . . .	0,32—4,45	Leinenhalbstoff (gebleicht) . .	0,12—1,86
Säcke . . . . .	2,55—7,00	Baumwollhalbstoff (ungebleicht)	0,24—1,12
<i>b) Andere Rohstoffe<sup>1</sup>:</i>		Baumwollhalbstoff (gebleicht) .	0,25—0,79
Ungebleichtes Flachsgarn		Hanfstrick (gebleicht) . . . . .	0,30
(Naßgespinst) . . . . .	1,25	<i>d) Andere Halbstoffe<sup>2</sup>:</i>	
Hanf (ungebleicht) . . . . .	1,35	Holzschliff (Fichte, Kiefer,	
Russischer Hanf . . . . .	1,41	Laubholz) . . . . .	0,36—0,70
Italienischer Hanf . . . . .	1,03	Sulfitzellstoff (ungebleicht) . .	0,35—1,5
Badischer Hanf . . . . .	0,69	Sulfitzellstoff (gebleicht) <sup>3</sup> . .	0,25—1,1
Jute (roh) . . . . .	0,56	Sulfatzellstoff (ungebleicht) . .	0,60—1,3
Jute (zu Pappe verarbeitet) .	0,85	Kraftzellstoff <sup>4</sup> . . . . .	0,95—1,7
Baumwolle (Louisiana)		Natronzellstoff (gebleicht) . .	0,25—1,5
(ungebleicht) . . . . .	0,53—0,85	Strohzellstoff (ungebleicht) . .	2,00—3,5
Espartogras . . . . .	1,91—2,00	Strohzellstoff (gebleicht) . . .	0,25—2

<sup>1</sup> u. <sup>2</sup> Die aufgeführten Werte können nur als Richtzahlen aufgefaßt werden; sie sind in Abhängigkeit vom Standort der Pflanzen und den Verarbeitungsbedingungen kleineren oder größeren Schwankungen unterworfen. Der teilweise sehr hohe Aschengehalt der Lumpen, der sich bei der Aufarbeitung zu Halbstoff beträchtlich vermindert, dürfte seine Ursache in der Anwesenheit von Kalkseifen, Beschwerungsmitteln und Verunreinigungen (Sand, Erde usw.) haben.

<sup>3</sup> Nach E. OPFERMANN und E. HOCHBERGER („Die Bleiche des Zellstoffes“, Bd. I, S. 30. Berlin 1935) kann der Aschengehalt von Zellstoff durch geeignete Veredlungsverfahren bis auf 0,1% herabgedrückt werden.

<sup>4</sup> Nach C. SCHWALBE: Zellstoff u. Papier 2 (1923) S. 279.

### 1. Bestimmung des Aschengehaltes.

Wenn es auch für die Zwecke der technischen Papierprüfung als überflüssig erscheinen muß, eine Aschenbestimmung beispielsweise bis auf 0,001 g genau auszuführen, denn ein so genaues Arbeiten ist im Hinblick auf die Ungleichartigkeit des Rohmaterials und die ungleichmäßige Verteilung der etwa vorhandenen Füllstoffe in der Papiermasse sowie im Hinblick auf den Zweck der Prüfung nicht angebracht, so muß man doch darauf Bedacht nehmen, Verfahren und Apparate anzuwenden, bei denen der Fehler 0,25 % (absolut) nicht übersteigt.

**Ausführung der Aschenbestimmung.** 1 g Papier<sup>1</sup> wird in einem Porzellantiegel, dessen Gewicht vorher bestimmt ist, über dem Bunsenbrenner oder im Tiegelofen verascht<sup>2</sup> und geglüht. Darauf läßt man den Tiegel mit der Asche in einem Exsikkator erkalten und bringt ihn zur Wägung. Nach Abzug des Gewichtes des leeren Tiegels erhält man das Gewicht der Asche, das mit 100 multipliziert den Aschengehalt des Papiers in Prozenten ergibt.

Die Asche muß vollkommen durchgeglüht und alles Organische verbrannt sein. Nach vorsichtigem Umrühren mit einer Platinnadel und Entfernung der Flamme darf in dem Rückstand ein Glimmen nicht mehr zu bemerken sein. Nach dieser Behandlung wird die Asche weiß bis weißgrau erscheinen, vorausgesetzt, daß das verwendete Papier nicht mit einem anorganischen Farbstoff gefärbt war. In solchen Fällen zeigt auch die Asche noch eine ausgesprochene Färbung, und zwar meist die des angewandten Farbstoffes; so ist z. B. die Farbe der Asche bei Verwendung von:

Ocker . . . . .	gelbbraun,
Ultramarin . . . . .	bläulich oder blau,
Chromgelb . . . . .	gelblich,
Berliner Blau (Kaliblau, Pariser Blau, Miloriblau) . . . . .	rotbraun (Eisenoxyd).

Wenn trotz Umrührens und weiteren Glühens die Verbrennung unvollkommen bleibt, so feuchtet man die Asche mit etwas Wasserstoffsperoxyd oder Ammoniumnitratlösung an und glüht erneut, bis alle Kohleteilchen verschwunden sind.

Bei Aschengehaltsbestimmungen von *Filterpapier für analytische Zwecke* ist ein besonderes Vorgehen notwendig. Wegen der sehr geringen Mengen anorganischer Bestandteile dieser Papiere sind entsprechend große Probemengen erforderlich. Dies bedingt jedoch wiederum größere Veraschungsgefäße, bei denen das Verhältnis ihres Gewichtes zu dem der gefundenen Asche sehr groß ist, so daß die Versuchsfehler sich entsprechend erhöhen. Im Staatlichen Materialprüfungsamt wird deshalb wie folgt verfahren: Mindestens 30 g des Papiers werden in kleine Stücke zerrissen und in einer Platinschale im Muffelofen bei einer Temperatur von etwa 600° verascht. Darauf wird die Asche in kleine Porzellantiegel (Gewicht 2 bis 3 g) gebracht. Um die Asche quantitativ überführen zu können und ihr Volumen zu verringern, wird sie zuvor in der Platinschale mit Wasser angefeuchtet. Darauf wird auf dem Wasserbad abgedampft und über einen Bunsenbrenner erneut geglüht. — Das Gewicht der Asche wird wie oben beschrieben bestimmt und in Prozenten, bezogen auf die Einwaage, angegeben. Bei Rundfiltern dividiert man das Aschengewicht durch die Anzahl der veraschten Filter und erhält somit die Aschenmenge eines Filters. Die Ausführung von 2 Parallelbestimmungen ist nicht nur zum Ausgleich der Versuchsfehler erforderlich, sondern auch um eine größere Versuchsprobe zugrunde zu legen.

Zur Veraschung auf elektrischem Wege dient ein kleiner von SCHEUFELN in Vorschlag gebrachter Spezialapparat (Abb. 43).

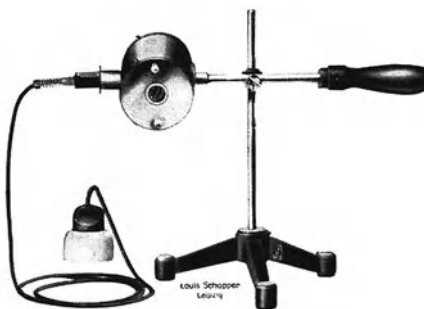


Abb. 43. Elektrische Veraschungsapparatur.

<sup>1</sup> Für technische Zwecke ist es üblich, bei der Aschengehaltsbestimmung von Papier von der lufttrocknen Probe auszugehen.

<sup>2</sup> Um die Verbrennung unter möglichst großem Luftzutritt einzuleiten, verfährt man zweckmäßigerweise wie folgt: Das Papier wird, auf eine Platinnadel gespießt oder mit einem Platindraht umwickelt, verbrannt und in den Tiegel überführt.



1 g Papier wird zusammengerollt, in die mit Platinblech ausgelegte Öffnung des Heizkörpers geschoben und der Strom eingeschaltet. Das Platinblech kommt nach kurzer Zeit zum Glühen, das Papier entflammt und verascht sehr bald. Die Asche wird in einen Tiegel überführt und gewogen, wobei die Benutzung der SCHOPPERSchen Präzisions-Aschenwaage (Abb. 44) oder einer anderen Schnellwaage<sup>1</sup> von Vorteil ist.

Für die Erhaltung der Heizelemente ist es zweckmäßig, einen Rheostaten zur Regelung der Stromstärke einzuschalten.

Die SCHOPPERSche Waage dient zum Abwiegen der für die Veraschung bestimmten Papierprobe und des Aschenrückstandes und gestattet diese Arbeiten außerordentlich schnell durchzuführen. Sie besitzt ein Metallgehäuse, in dessen durch 2 Türen verschließbaren Innenraum sich ein auf Schneiden spielendes dreiteiliges Pendel befindet. Der rechte Schenkel trägt an seinem Ende einen Teller, auf den abnehmbare Plattengewichte aufgelegt

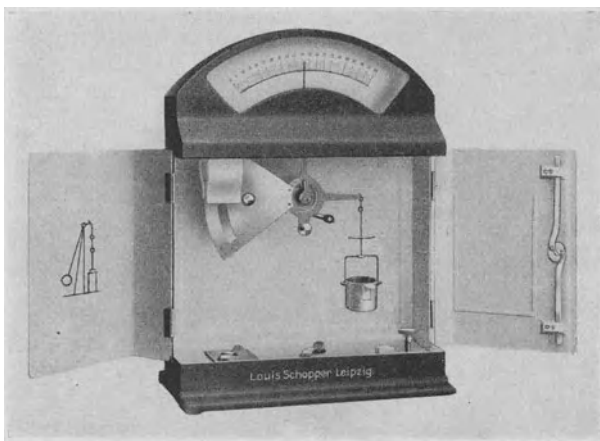


Abb. 44. SCHOPPER-Quadrantenwaage.

sind, und eine Gabel, in die ein kleiner Napf zur Aufnahme des Wiegegutes eingehängt ist. Der obere Schenkel läuft in eine feine Zunge aus, die sich über dem Skalenbogen bewegt. Die Skala besitzt eine Teilung von 0 bis 0,5 g, wobei die Unterteilung 5 mg beträgt.

Durch die aufgelegten Plattengewichte von  $1 \times 0,5$ ,  $2 \times 1$ ,  $1 \times 2$  und  $1 \times 5$  g ergibt sich ein Gesamtwägebereich von 0 bis 10 g. Bei angehängtem Napf und aufgelegten Gewichten spielt die Waage auf Null ein. Sind Gewichte bis 0,5 g zu ermitteln, so ist das Wiegergebnis von der Skala einfach abzulesen. Für die Bestimmung höherer Gewichte werden so viel Plattengewichte abgenommen,

bis der Zeiger auf die Skala einspielt. Das Gewicht der Probe ergibt sich dann aus dem an der Skala angezeigten Betrag vermehrt um den Wert der abgenommenen Gewichte. Zur schnellen Dämpfung der Zeigerschwingungen ist eine Wirbelstrombremse vorgesehen, wodurch das Pendel nach wenigen Schwingungen zur Ruhe kommt. Da außerdem bei dieser Waage das Arbeiten mit Bruchgrammgewichten entfällt, gehen die Gewichtsbestimmungen sehr schnell vonstatten.

## 2. Bestimmung der Art und Menge von Füllstoffen.

Der für die Aschenmenge gefundene Wert entspricht nicht ohne weiteres dem wahren Gehalt des Papiers an mineralischen Füllstoffen, weil diese durch das Glühen meist verändert werden. Chloride z. B. werden in der Weißglut ausgetrieben, kohlensaurer Kalk wird in Kalziumoxyd überführt, Kaolin verliert 12 bis 15%, Gips rund 21% Kristallwasser. Außerdem kann bei ungenügendem Luftzutritt während der Veraschung ein Teil des Gipses in Kalziumsulfid übergeführt werden, wodurch ein weiterer Verlust entsteht. Bariumsulfat wird teilweise in Bariumsulfid umgewandelt usw. Dies muß, nachdem die Art des Füllstoffes ermittelt ist, berücksichtigt werden, um aus dem Aschengehalt den wirklichen Füllstoffgehalt des Papiers berechnen zu können. Handelt es sich um Bariumsulfat, so hat man nur einige Tropfen Schwefelsäure zur Asche hinzuzufügen und nochmals zu glühen.

<sup>1</sup> Über eine „Präzisions-Aschenschnellwaage“ der Firma A. Dresdner, Merseburg, berichtet KRÄTSCHMAR: Wbl. Papierfabr. 63 (1932) S. 207.

In den allermeisten Fällen wird für die *Bestimmung der Art der Füllstoffe* der nachfolgend beschriebene kurze Analysengang ausreichen, da man sich für den angegebenen Zweck bei der Untersuchung der Asche weißer<sup>1</sup> Papiere auf den Nachweis nachstehender Bestandteile beschränken kann:

<i>Tonerde,</i>	herrührend	von Kaolin,
<i>Magnesium,</i>	„	„ Asbestine,
<i>Kalzium,</i>	„	„ Gips,
<i>Barium,</i>	„	„ Schwerspat,
<i>Titan,</i>	„	„ Titanweiß,
<i>Kieselsäure,</i>	„	„ Kaolin oder Asbestine,
<i>Kohlensäure,</i>	„	„ Magnesium- oder Kalziumkarbonat,
<i>Schwefelsäure,</i>	„	„ Gips und Schwerspat.

Um die wesentlichen, d. h. absichtlich zugesetzten Füllstoffe von etwaigen unwesentlichen, aus dem Betriebswasser, Altpapier o. a. herrührenden Beimengungen unterscheiden zu können, tut man gut, die Analyse bis zu einem gewissen Grade gleich annähernd quantitativ auszuführen, d. h. von einer gewissen Menge Asche auszugehen und wenigstens einzelne der abgeschiedenen Bestandteile dem Gewichte nach zu bestimmen.

a) Zunächst prüft man, ob sich die Asche völlig oder fast völlig in *verdünnter Salzsäure* löst; ist dies der Fall, so hat man es, was Füllstoffe anbelangt, nur mit Gips oder Kalzium- oder Magnesiumkarbonat zu tun.

Man setzt dann zu einem Teil der filtrierten Lösung Bariumchlorid im Überschuß: ein Niederschlag zeigt *Schwefelsäure* und damit *Gips* an; zu einem zweiten mit Ammoniak neutralisierten Teil setzt man Ammoniumoxalat: ein Niederschlag weist auf *Kalzium* (*Kalziumsulfat*, *Kalziumkarbonat*). Man filtriert und setzt Ammoniumphosphat hinzu: ein Niederschlag zeigt *Magnesium* an (*Magnesiumkarbonat*).

b) Falls sich, was beim Vorhandensein von Silikaten (Ton, Kaolin, Asbestine, Talkum) sowie von Schwerspat und Titanweiß der Fall ist, die Asche füllstoffhaltiger Papiere nicht oder nur unvollständig in Salzsäure löst, schmilzt man 0,5 g Asche im Platintiegel mit etwa 2,5 g Kalium-Natriumkarbonat  $\frac{1}{4}$  h lang über dem Gebläse, kocht die Schmelze mit Wasser aus und filtriert.

Das Filtrat wird mit Salzsäure angesäuert und mit Bariumchlorid im Überschuß versetzt; ein Niederschlag, der gegebenenfalls dem Gewicht nach bestimmt wird, rührt von *Schwefelsäure* (*Schwerspat*) her (eine gallertige Abscheidung kann von teilweise abgeschiedener Kieselsäure herrühren).

Der im Wasser unlösliche Teil der Schmelze wird in einer Porzellanschale mit Salzsäure behandelt, wobei Kohlensäure ausgetrieben wird und ein Teil der Kieselsäure, der beim Schmelzen nicht aufgeschlossen wurde, sich abscheidet; um diesen Teil der Kieselsäure vollständig abzuscheiden, wird das Ganze zur Trockene verdampft, der Rückstand mit konzentrierter Salzsäure angefeuchtet, das Ganze mit heißem Wasser versetzt und die ausgeschiedene *Kieselsäure* abfiltriert<sup>2</sup>.

Zum Filtrat, genügend verdünnt und nötigenfalls mit Ammoniumchlorid versetzt, fügt man Ammoniak, um das *Aluminium* auszufällen<sup>3</sup>; wesentliche Mengen Aluminiumhydroxyd deuten auf *Kaolin* oder *Ton*.

<sup>1</sup> Bei der Prüfung mineralisch gefärbter oder gestrichener Papiere muß man den Analysengang erweitern; hierzu wird insbesondere auf A. HERZOG: Mikrochemische Papierprüfung, Berlin 1935, verwiesen.

<sup>2</sup> Zu berücksichtigen ist hierbei, daß ein Teil der Kieselsäure in den wäßrigen Auszug der Schmelze gegangen ist.

<sup>3</sup> Der Aluminiumhydroxyd-Niederschlag wird zweckmäßig nach dem Trocknen und Glühen gewogen, da er wegen seines voluminösen Zustandes schwer auf seine Menge zu schätzen ist.

Das Filtrat vom Aluminiumhydroxyd wird mit Ammoniumkarbonat versetzt, wodurch *Barium*, *Kalzium* und ein Teil des etwa vorhandenen Magnesiums ausfallen.

Der Niederschlag wird in Salzsäure gelöst und die Lösung mittels Flammenreaktion geprüft. Zeigt die Flamme keine grüne Färbung (Bariumreaktion), so ist nur *Kalzium* vorhanden. Bei grüner Flamme ist *Barium* vorhanden, gegebenenfalls in Gemeinschaft mit Kalzium. Um dies festzustellen, dampft man die salzsaure Lösung zur Trockene ein und nimmt mit absolutem Alkohol auf, wodurch *Kalziumchlorid* in Lösung geht, während *Bariumchlorid* zurückbleibt. Anwesenheit von Kalzium würde auf *Gips*, Barium auf *Schwerspat* schließen lassen.

Zum Filtrat des Barium-Kalziumniederschlages wird nach reichlichem Zusatz von Ammoniak Ammoniumphosphat zugesetzt und dadurch *Magnesium* ausgefällt. Ein Niederschlag von Magnesiumammoniumphosphat zeigt die Anwesenheit von *Asbestine* oder *Talkum* an.

Zum Nachweis von *Titan* wird ein Teil der Alkalischemelze mit verdünnter Schwefelsäure behandelt; die filtrierte Lösung gibt bei Gegenwart von Titan mit Wasserstoffsperoxyd eine orangerote, mit Natriumhydrosulfit eine rotviolette Färbung und mit Tannin eine voluminöse, bräunliche Fällung, die sich nach einigem Stehen nach Orange verfärbt.

Bei Herstellung von *Zigarettenpapier* erfolgen bekanntlich vielfache Zusätze besonderer Art zur Erhöhung der Brennbarkeit des Papiers. In Betracht kommen hauptsächlich die Oxyde, Karbonate und Superoxyde von Magnesium und Kalzium; ferner Nitratre (Kaliumnitrat, Cellulosenitrate), sowie Cellulosechlorate<sup>1</sup> und oxalsaurer Kalk. Für die Analyse der Asche von Zigarettenpapieren hat SKARK<sup>2</sup> einen Analysengang zur Bestimmung der Art und Menge der gewöhnlich verwendeten Füllstoffe ausgearbeitet.

Hingewiesen sei noch auf den Vorschlag von A. БЕСКН<sup>3</sup>, den Nachweis der Art der Füllstoffe durch Anfärben der Asche mit verschiedenen Teerfarbstoffen zu erbringen.

## D. Säuregrad und Säuregehalt.

**Allgemeines.** Für bestimmte Verwendungszwecke ist die Anwesenheit von Säuren bzw. Alkalien im Papier schädlich, so z. B. bei Einwickelpapieren für Eisenwaren, Metalle oder Textilien; ferner bei Papieren, von denen eine große Dauerhaftigkeit verlangt wird (Urkundenpapiere) und bei technischen Papieren, die höhere Wärmegrade längere Zeit ohne mechanische Schädigung aushalten sollen.

Die analytische Kennzeichnung der Eigenschaften von Papier, die durch die Gegenwart saurer oder alkalischer Stoffe verursacht sind, erfolgt durch die Bestimmung des

*Säuregrades* („aktuelle Azidität“) als quantitatives Maß für die *Reaktion* des Papiers und der

*Säurezahl* („potentielle Azidität“) als Maß für den *Gehalt an titrierbaren Säuren* oder *Alkalien*.

Der Säuregrad einer Lösung ist von der Konzentration an freien Wasserstoffionen<sup>4</sup> abhängig, die in g/l angegeben wird. Da die Konzentration häufig in sehr kleinen Werten erscheint, hat SÖRENSEN für sie den negativen Logarithmus als bequemes Maß eingeführt und ihm die Bezeichnung Wasserstoffexponent gegeben (Symbol  $p_H$ ). Einer Wasserstoffionenkonzentration von  $10^{-6}$  entspricht also die (positive)  $p_H$ -Zahl 6. Neutrale Reaktion ist durch die  $p_H$ -Zahl 7,07 (rd. 7) gekennzeichnet. Bei saurer Reaktion ist die  $p_H$ -Zahl kleiner, bei basischer größer als 7. Es entspricht daher einer *hohen Wasserstoffionenkonzen-*

<sup>1</sup> Wbl. Papierfabr. **60** (1929) S. 771.

<sup>2</sup> SKARK: Zbl. österr. Papierind. **28** (1910) S. 898.

<sup>3</sup> БЕСКН, АДОЛФ: Wbl. Papierfabr. **45** (1914) S. 3001 und Papierfabrikant **12** 1914) S. 209. — Ferner v. POSSANNER: Papierztg. **39** (1914) S. 2027.

<sup>4</sup> Üblicherweise durch das Symbol  $[H^+]$  ausgedrückt.

tration ein hoher Säuregrad oder eine hohe Azidität, jedoch ein geringer  $p_H$ -Wert. Umgekehrt bedeutet eine geringe Wasserstoffionenkonzentration (d. h. hohe Hydroxylionenkonzentration) einen hohen Alkalitätsgrad und eine hohe  $p_H$ -Zahl.

Da die Reaktion der chemisch reinen Faser als neutral angenommen werden kann<sup>1</sup>, ist die saure oder alkalische Reaktion sowie der Gesamtgehalt an titrierbaren Säuren oder Alkalien von Papier auf Substanzen zurückzuführen, die vom Aufschluß und sonstigen Behandlungen der Faserstoffe herrühren oder auf Zusätze, die das Papier während seiner Herstellung erfahren hat. Im allgemeinen handelt es sich um saure oder basische Salze (das sind Salze starker Säuren mit schwachen Basen bzw. schwacher Säuren mit starken Basen), die in wäßriger Lösung hydrolysieren, und deren Hydrolysenprodukte unter Bildung freier Wasserstoff- bzw. Hydroxylionen dissoziieren. Die Lösungen derartiger Salze reagieren daher sauer bzw. alkalisch. In vereinzelten Fällen kann die Reaktion auch durch die Gegenwart von freien Säuren oder Alkalien bedingt sein, wobei diese in wäßriger Lösung in gleicher Weise unter Bildung freier Wasserstoff- bzw. Hydroxylionen dissoziieren<sup>2</sup>.

Die Säurewirkung von Papier ist demnach an die Gegenwart von dissoziierend wirkendem Wasser gebunden, da es nur in diesem Fall zur Bildung freier Wasserstoffionen kommen kann. Da Papier in lufttrocknem Zustand stets sorptiv gebundenes Wasser enthält, kann angenommen werden, daß die sauren bzw. alkalischen wasserlöslichen Bestandteile wenigstens teilweise in gelöstem Zustand zugegen sind. Damit sind die Bedingungen für die Bildung freier Wasserstoffionen bzw. Hydroxylionen gegeben, deren Menge vom Feuchtigkeitsgehalt des Papiers in dem Sinne abhängig ist, daß die Säurewirkung mit zunehmendem Feuchtigkeitsgehalt ebenfalls zunimmt, was mit der praktischen Erfahrung, z. B. bei Korrosionserscheinungen, übereinstimmt.

Während also im Säuregrad bzw. Alkalitätsgrad nur die als freie Ionen vorhandenen Wasserstoffatome in Erscheinung treten, werden durch Titration sowohl die freien Wasserstoff- bzw. Hydroxylionen als auch die im undissoziierten Zustand zugegebenen Säure- bzw. Alkalimengen erfaßt. Aus diesem Grunde läßt das Ergebnis der Titration einer Lösung mit unbekannter Zusammensetzung keinen Schluß auf die Stärke der Säure oder Base zu, da diese vom Dissoziationsgrad, d. h. von der Konzentration an freien Wasserstoff- bzw. Hydroxylionen abhängig ist und nur durch die Bestimmung der  $p_H$ -Zahl gekennzeichnet werden kann<sup>3</sup>. Bei der Untersuchung der wäßrigen Auszüge von

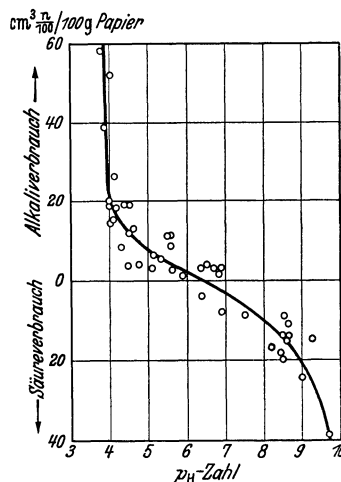


Abb. 45. Zusammenhang zwischen  $p_H$ -Zahl und Titrationsazidität bzw. -alkalität.

<sup>1</sup> Die Frage, ob im Cellulosemolekül Carboxylgruppen vorhanden sind, die in wäßrigen Faseraufschwemmungen Wasserstoffionen abspalten, ist bisher noch nicht entschieden [vgl. M. LÜDTKE: Biochem. Z. **285** (1936) S. 78]. — E. SCHMIDT u. Mitarb.: Cellulose-Chem. **13** (1932) S. 129 und Ber. dtsh. chem. Ges. **67** (1934) S. 2037 u. **69** (1936) S. 366.

<sup>2</sup> Zum Beispiel Säurespuren in Säurepergament oder Vulkanfaser, Alkalien in gelichen Papieren oder in gelbem Strohstoff.

<sup>3</sup> Bei potentiometrischen Titrationen geben sich allerdings die starken und schwachen Säuren bzw. die starken und schwachen Alkalien durch eine verschiedene Form der Titrationskurve zu erkennen. Wird z. B. eine schwache Säure mit einer starken Base neutralisiert, ergibt sich ein weniger ausgeprägter Potentialsprung als bei der Titration einer starken Säure, d. h. die rasche Änderung des  $p_H$ -Wertes bei Annäherung an den Äquivalenzpunkt erfolgt in dem letzteren Falle über eine größere Zahl von  $p_H$ -Einheiten und auch plötzlicher als in dem ersteren Falle.

Papieren, deren saure Reaktion überwiegend von Aluminiumsulfat herrührt, wird zwar meist gefunden, daß einem höheren Säuregrad auch ein höherer Säuregehalt entspricht. Aber auch hier vermögen die Bestimmungen der  $p_H$ -Zahl und des Säuregehaltes einander nicht zu ersetzen, sondern nur zu ergänzen<sup>1</sup>. Die Abb. 45 veranschaulicht den allgemeinen Zusammenhang zwischen Säuregehalt (bzw. Alkaligehalt) und  $p_H$ -Wert verschiedener Papiere (nach Messungen des *Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem* und nach Untersuchungen von E. MUNDS<sup>2</sup> und K. BERNDT<sup>3</sup>).

### I. Bestimmung des Säuregrades ( $p_H$ -Zahl).

Bisher sind keine Methoden bekanntgeworden, die eine *unmittelbare* Bestimmung des Säuregrades an Papier ohne *Feuchtung* gestatten. Die Messung der  $p_H$ -Zahl erfolgt daher am *gefeuchteten* Papier oder an dessen *wäßrigem Auszug*. Durch die hierbei eintretende Verdünnung und die mit der Verdünnung fortschreitende Hydrolyse tritt eine Änderung der Wasserstoffionenkonzentration ein, die zur Folge hat, daß der gemessene  $p_H$ -Wert nicht mit dem des trocknen Papiers übereinstimmt, insbesondere nicht bei Papieren mit geringem Salzgehalt, die schlecht gepufferte<sup>4</sup> und gegen Verdünnung empfindliche Auszüge liefern. In den allermeisten Fällen enthalten Papiere jedoch puffernd wirkende saure oder basische Salze, so daß der Unterschied im allgemeinen nicht beträchtlich sein wird, wie die relativ geringe Abhängigkeit der Meßwerte vom Verhältnis Papiermenge zu Wassermenge bei der Herstellung der Auszüge<sup>5</sup>, ferner die nur geringe Änderung des  $p_H$ -Wertes der Auszüge derartiger Papiere bei weiterer Verdünnung auf das z. B. 10fache Volumen, sowie die nur allmähliche Abnahme des Säuregrades der Auszüge bei wiederholter Extraktion derselben Papierprobe<sup>6</sup> erkennen lassen.

**Grundlagen der  $p_H$ -Messung.** Die Messung des Säuregrades erfolgt durch *kolorimetrische* und *elektrometrische* Methoden<sup>7</sup>.

Die *kolorimetrischen* Methoden<sup>8</sup> beruhen auf der Anwendung von Indikatorfarbstoffen, die in wäßriger Lösung je nach deren Säuregrad verschiedene Färbungen bzw. Farbtöne

<sup>1</sup> Die hauptsächlichliche Ursache hierfür ist vermutlich darin zu suchen, daß sich in Abhängigkeit von der Faserstoffzusammensetzung verschiedene Verteilungsgleichgewichte zwischen gelöstem und von der Faser gebundenem Aluminiumsulfat (bzw. dessen Hydrolysenprodukte) einstellen.

<sup>2</sup> MUNDS, E.: *Papierfabrikant* **34** (1936) S. 361—363.

<sup>3</sup> BERNDT, K.: *Zellstoff u. Papier* **15** (1935) S. 485; **16** (1936) S. 15.

<sup>4</sup> Unter *Pufferung* wird der Widerstand einer wäßrigen Lösung gegen die Änderung ihres  $p_H$ -Wertes beim Hinzufügen einer Säure oder Base bzw. beim Verdünnen mit Wasser verstanden. Gepuffert sind Lösungen, welche neben einer schwachen Säure noch deren Salz mit einer starken Base oder neben einer schwachen Base deren Salz mit einer starken Säure enthalten.

<sup>5</sup> Vgl. die Untersuchungen von E. MUNDS [*Papierfabrikant* **34** (1936) S. 361—363] sowie von B. L. BROWNING u. R. K. W. ULM: *Paper Trade J.* Bd. 102 (1936) Nr. 8, S. 69 bis 86.

<sup>6</sup> BROWNING und ULM [*Paper Trade J.* Bd. 102 (1936) Nr. 8, S. 69 bis 86] fanden bei der Untersuchung von zwei Papieren einen Anstieg des  $p_H$ -Wertes von 4,59 bzw. 5,32 beim ersten Extrakt auf 5,08 bzw. 5,85 beim 4. Auszug.

<sup>7</sup> Von A. KARSTEN und A. KUFFERATH wird eine von G. ROEDER vorgeschlagene Methode beschrieben, die auf *elektrometrischer Titration* der Meßlösung im Vergleich zu einer Standardlösung beruht. Stellungnahmen zu diesem Vorschlag liegen von K. BERNDT [*Zellstoff u. Papier* **15** (1935) S. 485 u. **16** (1936) S. 15] und K. SCHWABE [*Wbl. Papierfabr.* **67** (1936) Sondernummer, S. 24—36] vor. — Andere Methoden, z. B. die katalytischen, haben sich nicht eingeführt.

<sup>8</sup> Näheres über die Theorie und Praxis der kolorimetrischen Messungen: MICHAELIS (*Praktikum der physikalischen Chemie*. Berlin 1926); KOLTHOFF (*Der Gebrauch von Farb-Indikatoren*. Berlin 1926; *Die kolorimetrische und potentiometrische  $p_H$ -Bestimmung*. Berlin 1932) und MISLOWITZER (*Die Bestimmung der Wasserstoffionenkonzentration von Flüssigkeiten*. Berlin 1928).

annehmen. Der Umschlag der Färbung erfolgt innerhalb eines Bereiches<sup>1</sup>, dessen Lage in der  $p_H$ -Skala für die einzelnen Indikatorfarbstoffe charakteristisch ist. Wird der zu prüfenden Lösung eine geringe Menge eines Indikators zugesetzt, in dessen Umschlaggebiet der  $p_H$ -Wert der Meßlösung liegt, kann beim Vergleich mit Farbtafeln bzw. mit Lösungen bekannten  $p_H$ -Wertes aus der sich einstellenden Färbung auf den Säuregrad der Meßlösung geschlossen werden. Da sich die große Anzahl der zur Verfügung stehenden Farbstoffe hinsichtlich ihres Umschlagbereiches lückenlos auf das gesamte Gebiet zwischen den  $p_H$ -Werten 1 und 14 verteilen, sind die kolorimetrischen Methoden weitgehend anwendbar. Sie zeichnen sich durch einfache Handhabung und rasche Durchführung aus, was insbesondere bei Anwendung der sog. *Universalindikatoren* (das sind Kombinationen verschiedener Farbstoffe), *Indikatorpapieren* und *Indikatorfolien* zutrifft. Den Vorzügen stehen einige Nachteile gegenüber, wie z. B. die relativ geringe Meßgenauigkeit, die im allgemeinen erforderliche Beschränkung auf wenig gefärbte und nur schwach getrübbte Lösungen, die Beeinflussung der Meßwerte durch die Konzentration an Neutralsalz und durch die Anwesenheit von Eiweißstoffen, kolloid gelösten Substanzen oder suspendierten Teilchen („Salzfehler“, „Eiweißfehler“ und „Kolloidfehler“). Durch geeignete Meßanordnungen und Versuchsbedingungen sind diese Beschränkungen jedoch teilweise umgehbar, wie weiter unten noch ausgeführt wird.

Bei den *elektrometrischen Methoden* erfolgt die  $p_H$ -Messung durch Bestimmung der Potentialdifferenz, die sich zwischen zwei Elektroden einstellt, von denen die eine, als „*Meßelektrode*“ bezeichnet, die zu prüfende Lösung aufnimmt, die andere, „*Bezugselektrode*“ genannt, ein definiertes und bekanntes Potential aufweist. Die Potentialdifferenz einer derartigen zweipoligen Elektrodenkette ist abhängig von dem Unterschied in der Wasserstoffionenkonzentration der beiden Lösungen, in die die Elektroden tauchen; die quantitativen Beziehungen zwischen diesen Größen sind durch die von NERNST gefundenen Gesetze gegeben, die eine Berechnung der Wasserstoffionenkonzentration der Meßlösung gestatten, wenn das Potential der Bezugselektrode bekannt ist und die Potentialdifferenz zwischen Bezugs- und Meßelektrode elektrometrisch bestimmt wird<sup>2</sup>.

Als Bezugselektrode mit bekanntem konstantem Potential wird in den meisten Fällen die „*gesättigte Kalomelektrode*“ benutzt, als Meßelektrode die fast allgemein anwendbare *Wasserstoffelektrode* und die sehr bequem zu handhabende *Chinhydronelektrode*, die jedoch nur richtige Werte liefert, wenn der  $p_H$ -Wert der zu messenden Lösung geringer als 8,5, bei gut gepufferten Lösungen und schneller Ablesung geringer als 9,0 ist. Bei Anwesenheit von oxydierenden oder reduzierenden Substanzen ist der Gebrauch dieser Elektroden nicht möglich. Für die Untersuchung derartiger Auszüge kommen die *Antimonelektrode* und insbesondere die *Glaselektrode*<sup>3</sup> in Betracht, von denen die letztere im  $p_H$ -Bereich 1, 5 bis 10 in allen Fällen anwendbar ist.

Die Messung der Potentialdifferenz kann entweder mit *Potentiometern* erfolgen, die mit der Kompensationsschaltung von DU BOIS REYMOND-POGGENDORF oder einer modifizierten Kompensationsschaltung versehen sind, oder mit *Röhrenvoltmetern*, bei denen die zu messende Spannung nach Verstärkung durch Elektronenröhren unmittelbar auf einem Zeigerinstrument abgelesen wird<sup>4</sup>.

### Messung am Papier.

$\alpha$ ) Auflegen von Indikatorpapier. Das Indikatorpapier wird in kohlen-säurefreies destilliertes Wasser getaucht, zwischen 2 Abschnitte des zu prüfenden

<sup>1</sup> 1,2 bis 2  $p_H$ -Einheiten.

<sup>2</sup> Die gemessene Potentialdifferenz ist direkt proportional dem Logarithmus des Verhältnisses der Wasserstoffionenkonzentrationen der beiden Lösungen und damit — der Definition der  $p_H$ -Zahl entsprechend — auch der Differenz der  $p_H$ -Zahlen. Bezüglich der Theorie der elektrometrischen  $p_H$ -Messung wird auf die grundlegenden Werke von MICHAELIS, KOLTHOFF und MISLOWITZER (siehe S. 82, Fußnote 8) sowie auf das kurzgefaßte „Taschenbuch der praktischen  $p_H$ -Messung“ von W. KORDATZKI (3. Aufl. München 1938) verwiesen.

<sup>3</sup> Aus dem umfangreichen Schrifttum über die Glaselektrode seien folgende Arbeiten genannt: K. SCHWABE: Z. Elektrochem. **41** (1935) S. 681; **42** (1936) S. 147; **43** (1937) S. 152 u. 874; **46** (1940) S. 405. — Wbl. Papierfabr. **67** (1936) S. 926 u. Sondernummer 1936, S. 24—36. — Zellstoff u. Papier **19** (1939) S. 530 u. 567. — H. SAECHTLING: Papierfabrikant **36** (1938) S. 508. — Z. Elektrochem. **45** (1939) S. 79. — L. KRATZ: Kolloid-Z. Bd. 80 (1937) S. 33; Bd. 86 (1939) S. 51. — Z. Elektrochem. **46** (1940) S. 253 u. 404; auf eine vollständige Literaturzusammenstellung dieses Verfassers für die Jahre 1880—1939 in der Z. Elektrochem. **46** (1940) S. 259 wird besonders hingewiesen. — Vgl. auch „Über die  $p_H$ -Messung mit der Jenaer Glaselektrode“. Papierfabrikant **40** (1942) S. 53.

<sup>4</sup> Spiegelgalvanometer und Instrumente nach Art der Quadrantenelektrometer sind wegen ihrer mechanischen Empfindlichkeit für gewöhnliche Laboratorienzwecke nicht sehr geeignet.

Papiers gebracht und zur innigen Berührung der Papieroberflächen zwischen sauberen Glasplatten unter geringem Druck etwa 15 min gepreßt.

Als Indikatorpapier kommt für einfache Untersuchungen *Lackmus-* und *Kongorotpapier* in Betracht. Ersteres läßt nur erkennen, ob stark oder schwach saure, neutrale, schwach oder stark alkalische Reaktion vorliegt; der Umschlag von Blau nach Rot erfolgt nahe bei  $p_H = 7$ . Schlägt Kongorotpapier von Rot nach Blau um, was bei einem  $p_H$ -Wert von etwa 3,5 an der Fall ist, kann auf die Gegenwart stark dissoziierter Säuren, z. B. Mineralsäuren, geschlossen werden, da von den im Papier im allgemeinen vorkommenden sauer reagierenden Salzen eine so hohe Wasserstoffionenkonzentration nicht hervorgerufen wird.

β) Auftropfen von Indikatorlösungen. Hierzu können z. B. die Indikatorlösungen nach Dr. TÖDT verwendet werden, die zu einem Satz von 8 Farbstofflösungen zusammengestellt sind und den  $p_H$ -Bereich von 3,0 bis 9,6 umfassen. Von den 8 Indikatoren geben nach K. BERNDT<sup>1</sup> allerdings nur die wäßrigen Lösungen Nr. 1, 2, 4, 5 und 8 klare Umschläge. Auch stimmen die Farbtöne beim Reagens Nr. 4 nicht mit denen der beigegebenen Farbtafel überein. Zweckmäßig wird so verfahren, daß ein Tropfen der Farblösung auf das Papier gebracht wird. Nach einigen Sekunden Einwirkungsdauer läßt man den Tropfen ablaufen, wartet, bis die Flüssigkeit eingeschlagen ist, und vergleicht darauf den Farbton mit den Farbtafeln. Wie von BERNDT festgestellt wurde, ist die Methode mit Ausnahme bei stark saugfähigen und gefärbten Papieren sehr brauchbar.

γ) Elektrometrische Messung. Von B. SCHULZE<sup>2</sup> wird das nachstehende Verfahren vorgeschlagen: Zwei oder drei durch Ausstanzen oder Schneiden gewonnene Papierscheibchen von etwa 2 cm Dmr. werden in ein niedriges Glasschälchen von etwas größerem Durchmesser gebracht. Auf die Mitte des obersten Scheibchens läßt man je nach der Saugfähigkeit des zu prüfenden Papiers so viel Tropfen einer Lösung von Chinhydron in ausgekochtem destilliertem Wasser auftropfen, daß nach einer Einwirkung von etwa 1 min der größte Teil der zugegebenen Lösung in das Papier eingedrungen ist und bringt nun Agarheber und Elektrode dicht nebeneinander auf die angefeuchtete Stelle. Bei wenig geleimten und ungeleimten Papieren, bei denen die Flüssigkeit sehr schnell eindringt, muß die Messung so rasch wie möglich nach dem Aufbringen der Tropfen erfolgen. Um eine gut aufliegende Elektrode zu erhalten, wird ein Platindraht von 2 cm Länge und 1 mm Dicke an seinem freien Ende im rechten Winkel so umgeschlagen und breit geklopft, daß eine Fläche von etwa 2 mm<sup>2</sup> entsteht. Vor jeder Messung muß die Elektrode in Chromschwefelsäure gereinigt, mehrfach in reinem Wasser abgespült und schließlich in der Flamme des Bunsenbrenners ausgeglüht werden.

### Messung am wäßrigen Auszug.

1. *Herstellung des Auszuges.* Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem wird nach dem von B. SCHULZE<sup>2</sup> angewandten Verfahren gearbeitet<sup>3</sup>. 1 g Papier wird in Schnitzel von etwa 5 mm<sup>2</sup> geschnitten, in einem mit einem Uhrschälchen bedeckten ERLÉNMEYER-Kolben aus Jenaer Glas unter kräftigem Schütteln mit 50 cm<sup>3</sup> kochendem doppeldestilliertem Wasser übergossen und dann auf dem Wasserbad 1 h auf 90° gehalten. Das zu verwendende Wasser ist nur brauchbar, wenn es in ausgekochtem Zustand einen  $p_H$ -Wert von 6,7 bis 7,1 aufweist, also praktisch neutral ist. Nach dem Abkühlen des Kolbens erfolgt die kolorimetrische oder elektrometrische Messung. Da die gemessenen Werte von den Versuchsbedingungen bei der Herstellung der Auszüge abhängig sind,

<sup>1</sup> BERNDT, K.: Zellstoff u. Papier **15** (1935) S. 485 u. **16** (1936) S. 15.

<sup>2</sup> SCHULZE, B.: Zellstoff u. Papier **8** (1928) S. 808—812.

<sup>3</sup> Bei der Standardmethode der *Technical Association of the Pulp and Paper Industry* („Tappi“) werden im wesentlichen dieselben Versuchsbedingungen angewendet [vgl. Paper Trade J. Bd. 99 (1934) Nr. 10, S. 38].

müssen diese genau eingehalten werden, wenn das Ergebnis eindeutig und reproduzierbar sein soll<sup>1</sup>.

Bei der Säuregradbestimmung sehr reiner Papiere (z. B. Filtrierpapier, Rohpapier für die Herstellung von Indikatorpapieren), die schwach gepufferte Auszüge liefern, und deren  $p_H$ -Zahl nahe am Neutralpunkt liegt, muß die Extraktion und insbesondere das Abkühlen unter Luftabschluß erfolgen, da sonst infolge Aufnahme von Kohlensäure aus der Luft zu niedrige  $p_H$ -Werte erhalten werden. Im Materialprüfungsamt hat sich hierfür ein von B. SCHULZE<sup>2</sup> angegebenes Extraktionsgefäß bewährt, das gleichzeitig auch als Elektrodengefäß dient.

### 2. Kolorimetrische Messung.

$\alpha$ ) Für eine schnelle orientierende Bestimmung an ungefärbten Auszügen liefern die Universalindikatoren der Firmen Merck, Darmstadt und Dr. Grübler u. Co., Leipzig, gute Dienste.

Man gibt von der zu untersuchenden Flüssigkeit 8 cm<sup>3</sup> in eine kleine Porzellanschale, setzt 2 Tropfen Universalindikator (Merck) bzw. 10 Tropfen (Grübler) hinzu und vergleicht die dadurch entstandene Farbe mit einer Farbenskala. Die Zahlen unter den einzelnen Farben der Skala geben den entsprechenden  $p_H$ -Wert an. Die Farben sind nur in Abständen von  $p_H$  0,5 zu 0,5 aufgezeichnet. Zwischenwerte müssen geschätzt werden.

$\beta$ ) Eine Bestimmung der  $p_H$ -Werte auf eine Genauigkeit von etwa 0,2 ist mit den *Tüpfelapparaturen* nach Dr. TÖDT (F. u. M. Lautenschläger, München) und Dr. HÖLL (H. A. Freye, Braunschweig), sowie mit dem „*Lyphan*“-Indikatorpapier (Dr. Gerh. Klotz, Leipzig) und den Indikatorpapieren nach Dr. HÖLL (H. A. Freye, Braunschweig) möglich.

Besondere Verbreitung hat das *WULFFsche Folienkolorimeter* (F. u. M. Lautenschläger, München) gefunden.

Dieses beruht auf der Anwendung von durchsichtigen, quellbaren Cellulosehydratfolien, die den Indikatorfarbstoff adsorbiert enthalten. Es kommen 8 Folienarten mit entsprechenden farbigen Vergleichsskalen und einem  $p_H$ -Bereich von 1,6 bis 12,2 in Abständen von 0,2 zur Anwendung. Bei Ausführung der Prüfung wird die Folie, in deren  $p_H$ -Bereich vermutlich der  $p_H$ -Wert der zu untersuchenden Lösung fällt, in die Flüssigkeit eingelegt. Nach 1 bis 3 min wird der der gefärbten Folie ähnlichste Farbton auf der Vergleichsskala gesucht und der  $p_H$ -Wert abgelesen. Ein besonderer Vorteil der WULFFschen Folien ist darin zu sehen, daß sie auch die Messung stark gefärbter und trüber Auszüge zulassen.

Für genauere Messungen (0,02 bis 0,05  $p_H$ ) kommt das *Doppelkeilkolorimeter* nach BJERRUM-ARRHENIUS (Abb. 46) (F. u. M. Lautenschläger, München) in

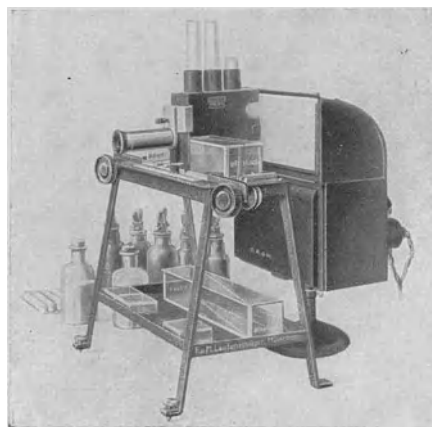


Abb. 46. Doppelkeilkolorimeter nach BJERRUM-ARRHENIUS.

<sup>1</sup> Bezüglich des Einflusses der Versuchsbedingungen wird auf die Untersuchungen folgender Verfasser hingewiesen: BROWNING und ULM [Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 8, S. 69—86]; K. HAUG [Papir-J. 21 (1933) S. 184, 196, 205, 240, 244, 251]; H. F. LAUNER [J. Res. Nat. Bur. Stand. 22 (1939) S. 553]; E. MUNDS [Papierfabrikant 34 (1936) S. 361—363]; B. SCHULZE [Zellstoff u. Papier 8 (1928) S. 808—812].

Von K. HAUG wird als Extraktionsmittel an Stelle von Wasser eine Neutralsalzlösung (KCl) vorgeschlagen, um auf diese Weise praktisch vollständige Extraktion der Wasserstoffionen zu erreichen. (Austausch der Wasserstoffionen der festen Phase gegen die Kaliumionen der flüssigen Phase.) MUNDS, sowie BROWNING und ULM kommen auf Grund ihrer Untersuchungen zum Schluß, daß eine derartige Abänderung der üblichen Arbeitsweise nicht erforderlich ist.

<sup>2</sup> SCHULZE, B.: Zellstoff u. Papier 8 (1928) S. 808—812.



Betracht, insbesondere für die Untersuchung schlecht gepufferter Auszüge, die nur bei geringen Indikatorkonzentrationen richtige Werte ergeben.

Es besteht aus einer rechteckigen Glaswanne, die durch eine diagonale Zwischenwand in zwei keilförmige Hälften geteilt ist. Die eine Hälfte wird mit verdünnter Salzsäure, die andere mit verdünnter Natronlauge gefüllt, wobei jede der Füllungen einen gleichbleibenden geringen Zusatz an Indikatorlösung erhält. Eine Meßküvette dient zur Aufnahme des mit derselben Indikatormenge versetzten Auszuges; sie wird mit Hilfe einer Schlittenführung längs der Glaswanne verschoben, bis zwischen der Mischfärbung der Füllungen der beiden Keilhälften und der der Meßlösung Farbgleichheit beobachtet wird, wobei ein Prismenkomparator die Beurteilung erleichtert.

Die Zuverlässigkeit der kolorimetrischen Messungen ist, wie schon auf S. 83 erwähnt, von gewissen Voraussetzungen abhängig, deren Außerachtlassung zu

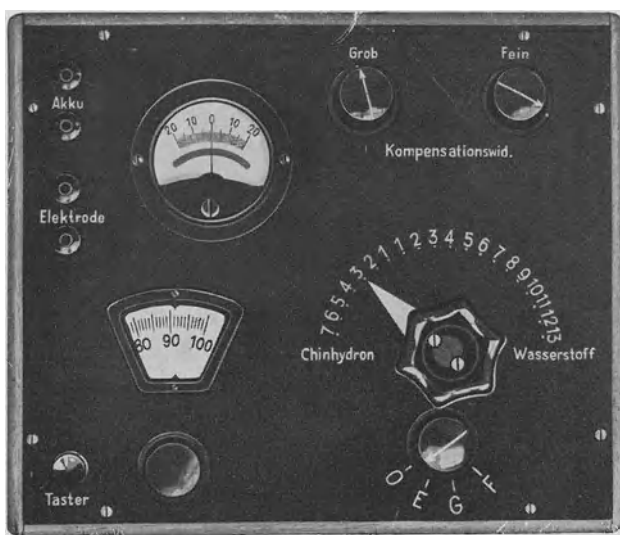


Abb. 47. Potentiometer nach FREYE.

Fehlern führt<sup>1</sup>. Hier sind insbesondere die Störungen zu erwähnen, die auf die Gegenwart von Eiweißstoffen zurückzuführen sind („Eiweißfehler“) und deren Ausmaß von der Art der Indikatoren abhängig ist. Bei Anwendung ungeeigneter Farbstoffe kann der Fehler eine  $p_H$ -Einheit und mehr betragen. Dies ist bei der Prüfung von tierisch geleimten, gummierten und gestrichenen Papieren zu berücksichtigen. In solchen Fällen empfiehlt sich die *Nitrophenolmethode* nach MICHAELIS<sup>2</sup>, die bei Anwendung von Dauervergleichslösungen einfache und rasch durchführbare Messungen erlaubt. In Verbindung mit einem Komparator nach dem WALPOLESCHEN Prinzip<sup>3</sup> ist auch die Untersuchung schwach gefärbter und getrüübter Auszüge möglich, wie sie z. B. beim Extrahieren von gestrichenen Buntpapieren erhalten werden.

3. *Elektrometrische Messung.* Für die elektrometrische  $p_H$ -Bestimmung stehen heute Apparate zur Verfügung, die sich durch einfache Handhabung auszeichnen und deren Wirkungsweise und Anwendung sowohl in der Literatur beschrieben sind, als auch von den Herstellerfirmen in Gebrauchsanweisungen mitgeteilt werden.

Aus der Reihe der bewährten Ausführungen seien hier folgende als Beispiele genannt: *Kompensationsapparate:* Potentiometer nach Dr. THRUN und Dr. TÖDT (H. A. Freye, Braunschweig; früher bei Ströhlein u. Co., Düsseldorf) (Abb. 47); „*Mikroionometer*“ und „*Betriebsionometer*“ nach TRENEL (F. u. M. Lautenschläger, München), „*Pehavi*“ (Hartmann u. Braun, Frankfurt a. M.); „*Universal*“ (Franz Bergmann u. Paul Altmann, Berlin). — *Röhrenvoltmeter:* „*Ionograph*“ nach WULFF und KORDATZKI (F. u. M. Lautenschläger, München); „*Triodometer*“ nach EHRHARDT (Franz Hegershoff G. m. b. H., Leipzig); „*Zwillingsröhren-Voltmeter*“ nach HILTNER (H. A. Freye, Braunschweig).

<sup>1</sup> Eine kurzgefaßte und übersichtliche Darstellung der Fehlerquellen findet sich bei W. KORDATZKI: Taschenbuch der praktischen  $p_H$ -Messung, 3. Aufl., S. 52ff.

<sup>2</sup> u. <sup>3</sup> MICHAELIS, L.: Praktikum der physikalischen Chemie, S. 45ff. Berlin 1926.

*Auswahl der Meßelektrode.* Da die Anwendbarkeit der drei wichtigsten Elektrodenarten (Chinhydron-, Wasserstoff- und Glaselektrode) in erster Linie vom Säuregrad (bzw. Alkalitätsgrad) des zu prüfenden Auszuges abhängt, ist vor Ausführung der elektrometrischen Messung eine orientierende Prüfung auf kolorimetrischem Wege geboten. Hierfür genügt bei ungefärbten Lösungen eine Untersuchung mit Universalindikatorlösungen oder bei gefärbten Extrakten mit der WULFFSchen Folie. Diese Vorprüfung ist auch deshalb zu empfehlen, weil sie gleichzeitig zur Kontrolle der potentiometrischen Messung dient.

Da die große Mehrzahl der Papiere sauer bis höchstens schwach alkalisch reagiert, und nur in Ausnahmefällen mit der Gegenwart reduzierender oder oxydierender Substanzen in den Auszügen zu rechnen ist<sup>1</sup>, wird man fast immer mit der *Chinhydron-elektrode* (Abb. 48) zurecht kommen, deren Benutzung wegen der sofortigen Einstellung des Potentials und der einfachen Handhabung große Vorteile bietet.

Zu beachten ist jedoch, daß schlecht gepufferte Extrakte, deren p<sub>H</sub>-Zahlen zwischen 6 und etwa 7,5 liegen, mit der Chinhydron-elektrode nicht zuverlässig gemessen werden können<sup>2</sup>, und daß die Meßwerte in geringem Maße durch die Anwesenheit von Neutralsalzen und Eiweißstoffen in Abhängigkeit von deren Natur und Konzentration beeinflusst werden<sup>3</sup>. Fehler können ferner beim Gebrauch von nicht geeignetem Chinhydron verursacht werden<sup>4</sup>, weshalb es sich empfiehlt, nur solche Präparate zu verwenden, die als besonders rein für potentiometrische Zwecke im Handel erhältlich sind. Die Platinelektrode ist von Zeit zu Zeit mit Chromschwefelsäure oder durch vorsichtiges Ausglühen zu reinigen.

Für die Untersuchung von Auszügen mit einem p<sub>H</sub>-Wert über 8,5 und bei Anwesenheit größerer Mengen an Neutralsalz kommt die *Wasserstoffelektrode* (Abb. 48) in Betracht.

Besondere Sorgfalt muß auf die Reinigung des für die Sättigung der Meßlösung erforderlichen Wasserstoffes<sup>5</sup> verwendet werden, der mittels elektrolytischer Wasserstoffentwickler erzeugt oder einer Gasflasche entnommen wird. Wesentlich ist ferner eine sachgemäße Platinierung der Elektrode<sup>6</sup> und das Fehlen oxydierender oder reduzierender Substanzen in den Extrakten. Störungen können auch von Eiweiß- und anderen organischen Stoffen verursacht werden, die sich auf der Elektrode niederlagern und dadurch die Einstellung des richtigen Potentials stark verzögern<sup>7</sup>.

Enthalten die zu messenden Auszüge Substanzen, die mit Chinhydron und Wasserstoff in Reaktion treten, z. B. oxydierend oder reduzierend wirkende, so ist die *Glaselektrode* (Abb. 49) heranzuziehen, die jedoch bisher wegen ihres hohen inneren elektrischen Widerstandes im Gegensatz zu den beiden erstgenannten Elektroden eine Potentialmessung mit Röhrenvoltmetern oder Elektrometern erforderte, was ihre Anwendung erschwerte. Erst die neuerdings von Schott u. Gen., Jena, entwickelte Glaselektrode mit erheblich vermindertem Wider-

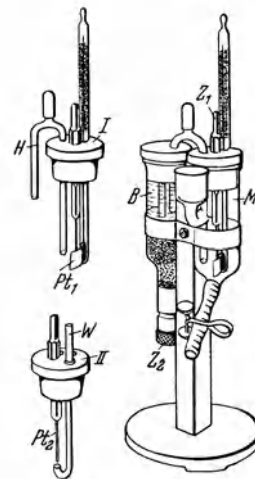


Abb. 48. Universalelektrode nach FREYE. I Meßgefäßaufsatz für Messung mit Chinhydron; II Meßgefäßaufsatz für Messung mit Wasserstoff; B Bezugselektrode; M Meßgefäß; H Agarheber; Z<sub>1</sub> und Z<sub>2</sub> Stecker und Steckdose für Verbindung mit Potentiometer; W Wasserstoff-Einleitungsrohr; Pt<sub>1</sub> und Pt<sub>2</sub> Platinblech bzw. Platinnadel.

<sup>1</sup> Derartige Stoffe kommen in manchen präparierten Papieren, z. B. Sicherheitspapieren, vor; sie geben sich während der Messung durch eine dauernde Änderung des Potentials zu erkennen.

<sup>2</sup> Der Grund hierfür ist nach K. SCHWABE in der Zersetzung des Chinhydrons durch Luftsauerstoff zu suchen.

<sup>3</sup> Vgl. KORDATZKI: Taschenbuch der praktischen p<sub>H</sub>-Messung, 3. Aufl., S. 108.

<sup>4</sup> TRENEL u. BISCHOFF: Z. angew. Chem. 53 (1929) S. 288.

<sup>5</sup> KORDATZKI: Taschenbuch, S. 98.

<sup>6</sup> KORDATZKI: Taschenbuch, S. 90.

<sup>7</sup> KORDATZKI: Taschenbuch, S. 99.

stand<sup>1</sup> und die von K. SCHWABE<sup>2</sup> angegebene Spezialelektrode mit kontinuierlicher Berieselung der Glasmembran durch die Meßlösung erlaubt den Gebrauch von Kompensationsapparaten, die dann allerdings mit Galvanometern hoher Empfindlichkeit (etwa  $10^{-9}$  A) ausgestattet sein müssen. (Lieferfirma: Franz Bergmann u. Paul Altmann, Berlin.)

Die Chinhydron- und Wasserstoffelektroden werden in verschiedenen Ausführungsformen hergestellt, die sich hauptsächlich in bezug auf die Art der Flüssigkeitsverbindung (Tauchmeßketten mit Diaphragmaverschluß der Elektrodengefäße oder Agar-Heber)<sup>3</sup> unterscheiden. Als Beispiele für bewährte Ausführungen seien die „Universalelektrode“ nach FREYE (Abb. 48) (H. A. Freye, Braunschweig) und die „H. u. B.-Spezialelektrode“ (Hartmann u. Braun, Frankfurt a. M.) genannt. Für die Messung geringer Flüssigkeitsmengen von z. B. 1 bis 2 cm<sup>3</sup> (bei wenig Versuchsmaterial) leistet die „Universal-Mikroelektrode“ nach

FREYE gute Dienste, doch muß bei Benutzung der Mikro-Chinhydron-elektrode der „Salzfehler“ berücksichtigt werden, der durch die Aufnahme von Kaliumchlorid aus dem Agar-Heber verursacht wird. — Ebenso ist die Glaselektrode (Abb. 49) in mannigfaltigen Ausführungsformen erhältlich, von denen die Jenaer Elektrode und die nach K. SCHWABE oben erwähnt wurde. Eine besondere Durchbildung für Serienmessungen hat die Elektrodenform nach EHRHARDT (Franz Hugershoff, Leipzig) erfahren.

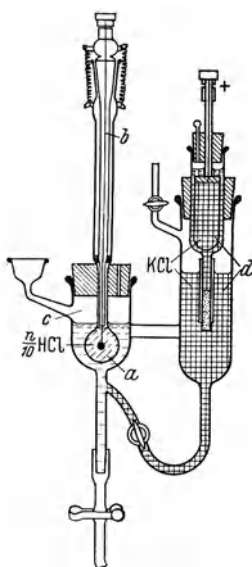


Abb. 49. Glaselektrodenkette (F. u. M. Lautenschläger). a Elektrodenkugel; b Ableitungselektrode; c Meßgefäß; d Bezugselektrode.

#### Eichung der Elektroden und Fehlerursachen bei Störungen.

Die Benutzung der *Chinhydron-* und *Wasserstoffelektrode* erfordert eine gelegentliche Eichung mit Pufferlösungen bekannten pH-Wertes. Am verbreitetsten ist das Standardacetatgemisch nach MICHAELIS, das aus

n-NaOH . . . . .	50 cm <sup>3</sup>
n-Essigsäure . . . . .	100 cm <sup>3</sup>
destilliertem Wasser . . . . .	350 cm <sup>3</sup>

besteht und bei 18° einen pH-Wert von 4,62 aufweist. Werden geringe Abweichungen gefunden, so sind sie in Rechnung zu stellen, andernfalls ist den Fehlerquellen nachzugehen. Als solche kommen hauptsächlich in Frage:

- falsche Polung;
- Verwendung eines ungeeigneten Chinhydrons;
- Veränderung der elektromotorischen Kraft der Bezugselektrode;
- verunreinigte Platinelektrode bzw. vergiftete Platin-Wasserstoffelektrode;
- mangelhafte Kontaktstellen (oxydierte Kontakte, Wackelkontakte);
- unterbrochene Stromleitung (schadhafte Leitungsdrähte);
- schlechte Flüssigkeitsverbindung.

Beim Gebrauch der *Glaselektrode* ist für genauere Untersuchungen vor jeder Messung eine Eichung mit einer Reihe von Standardpufferlösungen vorzunehmen, da hier der gesuchte pH-Wert aus dem Potential der gemessenen Lösung mit Hilfe der Eichkurve bestimmt wird. Die gebräuchlichsten Standard-Pufferlösungen sind Mischungen von primärem und sekundärem Phosphat, Lösungen von Natriumborat und Natriumcitrat sowie von Glykokoll in  $1/10$  n-Salzsäure (nach SÖRENSEN)<sup>4</sup>.

Als Fehlerquelle bei Unstimmigkeiten zwischen einzelnen Messungen und bei Störungen kommen bei Benutzung der Glaselektrode besonders in Betracht:

- mangelhafte Abschirmung und Isolation der Elektrode und der Meßgeräte (Röhrenvoltmeter, Elektrometer);
- Polarisationserscheinungen und Asymmetriepotentiale an der Glasmembran;
- ungleichmäßige Eintauchtiefe der Membran bei den einzelnen Messungen.

<sup>1</sup> Druckschrift Nr. 5960 der Jenaer Glaswerke Schott u. Gen.: „Die Jenaer Glaselektrode für pH-Messung und potentiometrische Titration.“

<sup>2</sup> SCHWABE, K.: Wbl. Papierfabr. **67** (1936), Sondernummer S. 24—36.

<sup>3</sup> Diese Art von Flüssigkeitsverbindung besteht aus einem Agarfaden, der durch Gelatinierung einer mit KCl gesättigten Agarlösung erhalten wird.

<sup>4</sup> Vgl. KORDATZKI: Taschenbuch der praktischen pH-Messung, S. 55 und MICHAELIS: Praktikum der physikalischen Chemie, 3. Aufl., S. 41.

## II. Bestimmung des Säure- bzw. Alkaligehaltes.

Während der Säuregrad, wie schon oben erwähnt, nur den als freies Ion vorhandenen Wasserstoff umfaßt, wird als *Säuregehalt* („potentielle Azidität“) die durch Titration eines wäßrigen Papierauszuges bestimmbare Summe des insgesamt verfügbaren Wasserstoffes bezeichnet, sowohl des als freies Ion vorhandenen, als auch des in undissoziiert gebliebenen Molekülen gebundenen. In entsprechender Weise werden bei der Titration eines alkalisch reagierenden Papierauszuges die insgesamt verfügbaren OH-Gruppen erfaßt, das Ergebnis der Titration wird als *Alkaligehalt* des Papiers bezeichnet.

Für die Bestimmung des Säure- bzw. Alkaligehaltes von Papier sind verschiedene Methoden angegeben worden, von denen hier nur einige beschrieben werden können. Hierzu wird noch bemerkt, daß die Ergebnisse in hohem Maße von den Versuchsbedingungen bei der Herstellung der Auszüge abhängig sind. Vergleichbare Werte sind daher nur bei Benutzung der gleichen Methode unter genauer Einhaltung der Arbeitsvorschrift gewährleistet.

**Verfahren nach KÖHLER und HALL<sup>1</sup>.** 5 g zerkleinertes Papier werden in einem 500 cm<sup>3</sup>-ERLENMEYER-Kolben unter starkem Schütteln nach und nach mit 250 cm<sup>3</sup> siedendem Wasser übergossen und nach Verschuß des Kolbens durch einen mit einem Steigrohr von etwa  $\frac{3}{4}$  m Länge versehenen Korken genau 1 h auf dem Wasserbad erhitzt. Während dieser Zeit wird 2- bis 3mal geschüttelt. Der Extrakt wird unter Verwendung eines BÜCHNER-Trichters kräftig abgesaugt und der im Kolben verbliebene Rest mit 10 cm<sup>3</sup> kaltem Wasser nachgespült. Darauf wird der Stoff noch zweimal in derselben Weise extrahiert. Jeder Auszug wird auf Zimmertemperatur abgekühlt und mit 0,01 n-Natronlauge unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator titriert. Als Maßstab für die Beurteilung des Säuregehaltes dient die *Säurezahl*, unter der man die Anzahl der insgesamt verbrauchten Kubikzentimeter 0,01 n-Alkali, bezogen auf 10 g Papier, versteht.

Eine gesonderte Bestimmung der sog. „äußeren“ von der Oberflächenleimung herrührenden Azidität nimmt HALL<sup>2</sup> in folgender Weise vor: In Abänderung der von VANDEVELDE<sup>3</sup> angegebenen Extraktionsmethode werden 10 g in Stücke geschnittenes Papier 2 min mit 100 cm<sup>3</sup> kaltem destilliertem Wasser unter ständigem Schütteln ausgezogen. Der Auszug wird mit einem BÜCHNER-Trichter ohne Nachwaschen filtriert und das Filtrat mit 0,01 n-Natronlauge und Phenolphthalein als Indikator titriert. Als „äußere Säurezahl“ gilt die Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter NaOH, bezogen auf 10 g absolut trocknes Papier.

Die „inneren“, d. h. von der Stoffleimung herrührenden Säureanteile werden nach HALL durch diese Methode nicht erfaßt; man bestimmt sie durch Subtraktion des für die „äußere Säure“ gefundenen Wertes von dem auf oben beschriebene Weise ermittelten Gesamtsäuregehalt.

**Methode der American Society for Testing Materials<sup>4</sup>.** 1 g des zermahlenden Papiers wird in einem 250 cm<sup>3</sup>-ERLENMEYER-Kolben mit 100 cm<sup>3</sup> kochendem destilliertem

<sup>1</sup> KÖHLER u. HALL: Undersökningar över Finpappers Hållbarhet. Stat. Provn.-Anst. Stockh. Medd. 1925, Nr. 28, S. 82. — Für die Zerkleinerung des Papiers wird eine Mühle vom „Koerner-Typ“ (Lieferfirma Ernst Grumbach u. Sohn, Freiberg/Sa.) genannt.

<sup>2</sup> HALL: Paper Trade J. Bd. 82 (1926) Nr. 14, S. 54; siehe auch: Der Säuregehalt oberflächengeleimter Papiere. Mitt. Bur. Stand. Juni-Dezember 1930.

<sup>3</sup> VANDEVELDE: Revue des Bibliothèques et Archives des Belgique Bd. 4 (1906) S. 77 bis 85; Wbl. Papierfabr. 37 (1906) S. 2642. — HERZBERG: Papierprüfung, VI. Aufl., S. 187. Berlin: Springer 1927.

<sup>4</sup> Paper Trade J. Bd. 92 (1931) Nr. 16, S. 63. — Über die „Tappi“-Standardmethode zur Bestimmung der Acidität oder Alkalität von Papier [T 428 m — 39] vgl. Paper Trade J. Bd. 108 (1939) Nr. 5, S. 29.

Wasser übergossen und in einem Wasserbad 5 min erhitzt, während ein Rührwerk den Kolbeninhalt bei 95° in dauernder Bewegung hält. Falls nach dieser Zeit noch keine völlige Zerfaserung des Stoffes eingetreten ist, wird 5 min länger gerührt. Darauf wird ohne Nachwaschen möglichst schnell durch einen Gooch-Tiegel filtriert, das Filtrat 3 min lang gekocht und unmittelbar darauf titriert. Die Temperatur der Lösung soll zur Vermeidung eines Fehlers infolge Kohlensäureaufnahme<sup>1</sup> nicht unter 80°C sinken. Reagiert der Auszug sauer, so wird mit 0,01 n-NaOH und Phenolphthalein als Indikator titriert, reagiert er alkalisch, so wird ein kleiner Überschuß von 0,01 n-Schwefelsäure zugesetzt und dann mit 0,01 n-NaOH zurücktitriert. Die Ergebnisse werden ausgedrückt in Gewichtsprozenten SO<sub>3</sub>, wenn das Papier sauer und NaOH, wenn es alkalisch ist.

**M.P.A.-Methode.** Eine vollständigere Erfassung der sauer reagierenden Anteile des Papiers als bei den oben genannten Verfahren ist durch Extraktion des Versuchsmaterials nach dem Soxhletprinzip möglich. Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem wird hierzu ein Einhäng-Extraktionsapparat (Schott u. Co., Liste 4511, S. 19) verwendet. Der Rundkolben des Apparates weist einen Inhalt von rd. 500 cm<sup>3</sup> auf, das Hebergefäß<sup>2</sup> einen Inhalt von rd. 175 cm<sup>3</sup>. Für die Rückflußkondensation dient ein eingehängter, becherförmiger Glaskühler. Zur Durchführung der Extraktion werden 10 g Papier in Streifen von etwa 15 mm Breite und 100 mm Länge geschnitten und mit 350 cm<sup>3</sup> destilliertem und kohlensäurefrei gekochtem Wasser 4 h auf dem Sandbad erhitzt, wobei die Wärmezufuhr so geregelt wird, daß die Temperatur in dem Hebergefäß 96° bis 98° und die Zahl der Abhebungen insgesamt 10 beträgt. Der Auszug wird nach beendeter Extraktion unter Benutzung von Phenolphthalein als Indikator noch heiß titriert. Der Säure- bzw. Alkaligehalt wird in gleicher Weise wie bei der Methode nach KÖHLER und HALL ausgedrückt.

Die Alkaliaufnahme des Wassers aus den Glaswandungen der Apparatur ist in Blindversuchen festzustellen, die unter gleichen Bedingungen durchzuführen sind, wie sie bei der Extraktion eingehalten werden.

Liegen *gefärbte* oder *getrübt*e Auszüge vor, so ist der Umschlag von Indikatorfarbstoffen nicht oder nur ungenau zu beobachten. In solchen Fälle ist die Titration auf *potentiometrischem*<sup>3</sup> oder *konduktometrischem*<sup>4</sup> Wege durchzuführen.

## E. Gehalt an elektrolytisch wirksamen Salzen.

Elektrotechnische Papiere (Kondensator-, Kabel- und Isolierpapiere) sollen einen möglichst geringen Gehalt an wasserlöslichen, elektrolytisch wirksamen Salzen aufweisen, da diese die Trocknungsfähigkeit, den Isolationswiderstand und die dielektrischen Eigenschaften ungünstig beeinflussen<sup>5</sup>. Als Maß für den Gehalt an derartigen Salzen kann die elektrische Leitfähigkeit wäßriger Papierauszüge angesehen werden<sup>6</sup>.

<sup>1</sup> Nach WEHMHOFF [Paper Trade J. Bd. 90 (1930) Nr. 26, S. 63] werden die Ergebnisse bei der KÖHLER-HALL-Methode durch die Kohlensäure der Luft nicht oder nur unwesentlich beeinflusst.

<sup>2</sup> Das Hebergefäß soll ohne Glasfiltereinsatz gewählt werden, da das gefrittete Glas des Filters gegen die Einwirkung des heißen Wassers weniger beständig ist und daher mehr Alkali an das Wasser abgibt, als chemisches Geräteglas.

<sup>3</sup> CLARK u. WOOTEN: Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 1930, S. 385. — SCHWABE: Wbl. Papierfabr. 67 (1936) S. 925. — Ferner E. MÜLLER: Die elektrometrische Maßanalyse. Dresden 1932 u. a. m.

<sup>4</sup> JANDER-PFUND: Visuelle Leitfähigkeitstiteration und ihre praktische Anwendung. Stuttgart 1934.

<sup>5</sup> VOGEL, W.: Papierfabrikant 37 (1939) S. 117. — Ferner A. WALLRAFF: Die Isolierstoffe der Höchstspannungskabeltechnik. ETZ 63 (1942) S. 539. — G. E. HAETELY: Elektroisolierstoffe. J. Inst. elektr. Engrs. Part I 88 (1941) S. 179—188. — H. HEERING: Isolierstoffe in der Kabel- und Leitungstechnik. ETZ 63 (1942) S. 439—443.

<sup>6</sup> Vgl. die Lieferbedingungen der *British Standards Institution* für elektrotechnische Papiere, auszugsweise mitgeteilt in Zellstoff u. Papier 17 (1937) S. 106.

Unter elektrischer Leitfähigkeit oder elektrischem Leitvermögen eines Körpers wird bekanntlich der reziproke Wert des elektrischen Widerstandes verstanden; unter *spezifischer* elektrischer Leitfähigkeit  $\kappa$  der reziproke Wert des spezifischen Widerstandes, das ist der zahlenmäßige Ausdruck für die Spannung (in Volt), die an einem Körper von der Länge  $l$  und dem Querschnitt  $q$  angelegt werden muß, damit die Stromstärke  $I$  A beträgt.

Für die Herstellung der Auszüge wurde von A. LAMBERTZ und B. SCHULZE<sup>1</sup> die nachstehend beschriebene Arbeitsweise vorgeschlagen: 3 g des Papiers werden in einem ERLLENMEYER-Kolben mit 150 cm<sup>3</sup> siedendem Wasser übergossen, bei bedecktem Kolben genau 1 h auf dem Wasserbad digeriert und anschließend auf 18° abgekühlt. Das für die Extraktion benötigte Wasser soll durch doppelte Destillation unter Abschluß von Luftkohlendensäure auf eine maximale spezifische Leitfähigkeit von  $\kappa = 4 \cdot 10^{-6}$  gebracht werden.

Die Bestimmung der Leitfähigkeit des Auszuges erfolgt unter Verwendung der WHEATSTONESchen Brückenschaltung entweder in der üblichen Art mit Wechselstrom und Telephon<sup>2</sup> oder mit Spezialgeräten, wie sie z. B. von den Firmen Gebr. Ruhstrat AG., Göttingen, und F. u. M. Lautenschläger, München, geliefert werden.

In der Handhabung bequemer als die mit Telephon arbeitenden Meßanordnungen sind die sog. visuellen Methoden, die sich zur Anzeige der Stromlosigkeit der Brücke eines Zeigerinstrumentes bedienen; bewährt hat sich unter anderen die von JANDER und SCHORSTEIN<sup>3</sup> angegebene Schaltung unter Verwendung eines besonderen, nach dem Dynamometerprinzip konstruierten Wechselstromgalvanometers<sup>4</sup>.

Zur Durchführung der Messung wird der Auszug in das sog. Leitfähigkeitsgefäß übergeführt. Die Einhaltung der Meßtemperatur wird durch Einstellen der Meßzelle in einen Thermostat erleichtert.

Das Leitfähigkeitsgefäß soll wegen der im allgemeinen geringen Leitfähigkeit der Auszüge einschenklig sein und nahe aneinander angeordnete großflächige Elektroden aufweisen, die zur Vermeidung von Polarisationserscheinungen (als Folge der geringen Periodenzahl des Netzstromes) zu platinieren sind<sup>5</sup>. Die Gefäßkonstante (Widerstandskapazität) der Meßzelle ist mit Lösungen definierten spezifischen Leitvermögens<sup>6</sup> gesondert zu bestimmen und in bekannter Weise bei der Ausrechnung des Ergebnisses zu berücksichtigen.

## F. Metallschädliche Bestandteile.

**Allgemeines**<sup>7</sup>. Papiere die zum Umhüllen von Metallen Verwendung finden, sollen frei von Bestandteilen sein, die metallische Gegenstände angreifen, was

<sup>1</sup> LAMBERTZ, A. u. B. SCHULZE: Papierfabrikant **35** (1937) S. 67.

<sup>2</sup> Einzelheiten in OSTWALD-LUTHER: Hand- und Hilfsbuch zur Ausführung physikochemischer Messungen, 5. Aufl. Leipzig 1931; sowie KOHLRAUSCH: Lehrbuch der praktischen Physik. 18. Aufl. Leipzig 1943.

<sup>3</sup> JANDER u. SCHORSTEIN: Angew. Chem. **45** (1932) S. 701—703; vgl. auch LAMBERTZ u. SCHULZE: Papierfabrikant **35** (1937) S. 67.

<sup>4</sup> Lieferfirma: Gebr. Ruhstrat AG., Göttingen.

<sup>5</sup> Vgl. OSTWALD-LUTHER: a. a. O.

<sup>6</sup> Vgl. KOHLRAUSCH: a. a. O.

<sup>7</sup> Zusammenfassende Darstellungen über die Korrosion metallischer Stoffe: O. BAUER, O. KRÖHNKE, G. MASING: Die Korrosion metallischer Werkstoffe, 2. Bd. Leipzig 1938. — G. SCHIKORR: Korrosion und chemisches Verhalten. In ABEGG-KOPPEL: Handbuch der anorganischen Chemie, IV, 3, 2. Aufl. Leipzig 1933. — G. SCHIKORR: Die Zersetzungserscheinungen der Metalle. Eine Einführung in die Korrosion der Metalle. Leipzig 1943.

jedoch nicht immer der Fall ist. Bei Angriffen, die durch Papier<sup>1</sup> hervorgerufen werden, handelt es sich fast ausschließlich um chemische oder elektrochemische Vorgänge, die entweder unter Bildung von *Sauerstoffverbindungen* verlaufen oder zu *Schwefelverbindungen* führen. Erstere kommen hauptsächlich bei *Eisen- und Stahlwaren* (Rostbildung) sowie bei *Aluminium* (Bildung von Aluminiumoxyd) vor, letztere bei Gegenständen aus *Silber, Kupfer* und *Kupferlegierungen*. Sauerstoffverbindungen können unter Mitwirkung des Sauerstoffes der Luft bei Vorhandensein von Chlor, von Salzen, insbesondere von Chloriden, und von Säuren entstehen. Freies Chlor, das stark oxydierend wirkt, wird jedoch fast nie in Papieren gefunden. Eher ist mit Anwesenheit von Chloriden zu rechnen, die in geringen Mengen vom Fabrikationswasser herrühren können, mitunter aber auch, z. B. in Form von Magnesiumchlorid, dem Papier zum Weichmachen zugesetzt werden. Schwefel kann in elementarer oder in gebundener Form [Sulfide, Sulfite, schwefelhaltige Farbstoffe (z. B. Ultramarin)] vorhanden sein.

### 1. Nachweis von metallschädlichen Bestandteilen.

*Freies Chlor.* Abschnitte des Papiers werden mit destilliertem Wasser befeuchtet, abwechselnd mit Kaliumjodidstärkepapier<sup>2</sup> übereinandergeschichtet und mit einer Glasplatte beschwert. Ist freies Chlor vorhanden, so zeigt das Stärkepapier infolge Bildung von Jodstärke blaue Streifen und Flecke.

*Chloride.* Das Papier wird mit stark verdünnter Salpetersäure ausgezogen. Bei Gegenwart von Chloriden entsteht nach Zusatz von Silbernitratlösung zum Auszug ein weißer, käsiger Niederschlag, der sich am Licht bald violett verfärbt.

*Sauer reagierende Anteile.* Die Feststellung erfolgt durch Bestimmung des Säuregrades nach den auf S. 82 ff. angegebenen Methoden. Wird hierbei ein  $p_H$ -Wert von weniger als 3,5 gefunden (bei diesem  $p_H$ -Wert schlägt Kongorotpapier nach blau um), so ist auf die Anwesenheit von stark dissoziierter freier Mineralsäure (Schwefelsäure, schweflige Säure, Salzsäure) zu schließen, da eine derartig hohe Wasserstoffionenkonzentration erfahrungsgemäß von den in Papier im allgemeinen vorhandenen sauer reagierenden Salzen nicht hervorgerufen wird. Papiere mit einem  $p_H$ -Wert von 3,5 und darunter werden jedoch nur in seltenen Fällen zu beobachten sein<sup>3</sup>.

Für den Nachweis *freier schwefliger Säure* hat STOCKMEIER vorgeschlagen, 50 g Papier in einem Destillationsapparat mit Wasser zu kochen, das Destillat in Jod-Jodkaliumlösung zu leiten und die entstandene Schwefelsäure mit Bariumchlorid zu fällen.

*Schwefel und Sulfide.* Das Papier wird zur Überführung von etwa vorhandenem freiem Schwefel in Sulfide mit 1%iger Natronlauge ausgezogen. Der Auszug wird in ein Becherglas gebracht und mit Salzsäure angesäuert. Gleich darauf wird das Glas mit nassem Bleipapier (Filtrierpapier mit essigsaurer Bleilösung getränkt) bedeckt und gelinde erwärmt, am besten durch Eintauchen in heißes Wasser. Beim Vorhandensein von Sulfiden oder Schwefel färbt sich das Bleipapier infolge des sich entwickelnden Schwefelwasserstoffes allmählich gelbbraun

<sup>1</sup> Andere Ursachen für Korrosionserscheinungen können auch durch die Verhältnisse gegeben sein, unter denen die Metallwaren verpackt, aufbewahrt und verschickt werden. Fälle dieser Art sind wiederholt mitgeteilt worden. Vgl. HERZBERG: Papierprüfung VII. Aufl., S. 249 u. 289.

<sup>2</sup> Hergestellt durch Tränkung von Filtrierpapier mit einer Stärkelösung, die eine geringe Menge Kaliumjodid aufgelöst enthält.

<sup>3</sup> Zum Beispiel schlecht ausgewaschene Echtpergamentpapiere (vgl. HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl. S. 247). — Enthält Papier gleichzeitig schwefelsaure Tonerde und Chloride, so ist nach WÜRSTER bei feuchter Luft die Bedingung zur Bildung freier Salzsäure gegeben, was von STOCKMEIER bestätigt wurde [Papierztg. 18 (1893) S. 25].

bis schwarzbraun. — *Freier Schwefel allein* wird nach KLEMM<sup>1</sup> durch Ausziehen mit Chloroform und Abdampfen des Auszuges nachgewiesen. Im Abdampfdruckstand findet sich dann der Schwefel neben anderen ebenfalls in Chloroform löslichen Körpern in Form charakteristischer Kriställchen.

*Sulfite.* Abschnitte des zu prüfenden Papiers werden mit 1%iger Salzsäure befeuchtet und abwechselnd mit Kaliumjodatstärkepapier<sup>2</sup> übereinandergelegt. Der so entstandene Stapel wird mit einer Glasplatte beschwert. Sind Salze der schwefligen Säure vorhanden, so wird durch die Salzsäure Schwefeldioxyd frei; dieses spaltet aus dem Kaliumjodat Jod ab, wobei durch Bildung von Jodstärke Blaufärbung eintritt<sup>3</sup>.

*Ultramarin.* Der Nachweis von Ultramarin geschieht in folgender Weise: Man betrachtet das Papier bei etwa 50- bis 100facher Vergrößerung; bei Ultramarinfärbung finden sich kleine blaue Farbteilchen auf und in dem Papier, die sich beim Hinzufügen von verdünnter Schwefelsäure unter Schwefelwasserstoffentwicklung (Blasenbildung) auflösen. Der bei Behandlung von Ultramarin mit Säure freiwerdende Schwefelwasserstoff wird dadurch nachgewiesen, daß man das zu prüfende Papier im Reagensglas mit verdünnter Schwefelsäure übergießt. Bedeckt man das Glas mit angefeuchtetem Bleiacetatpapier, so färbt sich dieses schwarz, wenn sich Schwefelwasserstoff bildet.

## 2. Praktische Korrosionsversuche.

Da die reine Faser Metalle nicht angreift, wird sich ein Papier um so mehr als Verpackungsmaterial eignen, je weniger chemisch wirksame Beimengungen der obengenannten Art es enthält<sup>4</sup>. Es ist jedoch nicht möglich, das Verhalten beim praktischen Gebrauch auf Grund einer chemischen Analyse immer mit Sicherheit vorauszusagen, da der Einfluß der einzelnen Stoffe für sich und bei gegenseitiger Wechselwirkung nicht genügend geklärt ist. Insbesondere besteht noch Unklarheit darüber, von welchen Mengen an diese Stoffe korrodierend wirken. Gar nichts besagt jedoch die vielfach immer noch übliche Beurteilung des Papiers nach „Chlor- und Säurefreiheit“, wenn hierunter die Abwesenheit von freiem Chlor und sog. „freier Säure“ verstanden wird, ein Umstand, der fast ausnahmslos für alle Papiere zutrifft, während Chloride und sauer reagierende Salze, die beispielsweise als die hauptsächlichsten Ursachen für die Korrosion von Eisen anzusehen sind, unberücksichtigt bleiben. Zuverlässige Rückschlüsse auf das Verhalten beim praktischen Gebrauch sind dagegen auf dem Wege von *Wickelversuchen* möglich, wie sie zuerst von STOCKMEIER<sup>5</sup> vorgeschlagen wurden. Hierzu wird das zu untersuchende Papier mit dem in Frage kommenden Metall in innige Berührung gebracht und unter Bedingungen, die das Zustandekommen von Korrosion begünstigen — hohe Luftfeuchtigkeit bei gewöhnlicher und erhöhter Temperatur — gelagert; von Zeit zu Zeit wird festgestellt, ob das Metall angegriffen wird. Da diese Versuche meist langwierig sind, wurde von DALÉN für orientierende Untersuchungen ein *Schnellverfahren* entwickelt, bei dem der Angriff durch galvanische Ströme beschleunigt wird.

<sup>1</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. 40 (1909) S. 1675.

<sup>2</sup> Herstellung des Reagenspapiers: 1 bis 2 g Stärke werden durch Kochen mit Wasser (50 bis 100 cm<sup>3</sup>) gelöst; der Aufkochung wird eine wäßrige Lösung von *jodsaurem* Kalium zugesetzt. In diese Mischung taucht man Streifen von Filtrierpapier, die dann zum Trocknen aufgehängt werden.

<sup>3</sup> Da Sulfide dieselbe Reaktion geben, ist auf diese Verbindungen gesondert in der oben beschriebenen Weise zu prüfen.

<sup>4</sup> Neben dem Gehalt an Stoffen, die unmittelbar mit dem Metall in Reaktion treten, kommen noch als schädliche Beimengungen Substanzen in Betracht, die die Hygroskopizität des Papiers erhöhen (Weichmachungsmittel wie Glycerin und Zucker), da die Gegenwart von Feuchtigkeit einen wesentlichen Umstand für das Eintreten von Korrosionen darstellt.

<sup>5</sup> STOCKMEIER: Papierztg. 17 (1892) Nr. 89.



## a) Wickelversuche.

Im Materialprüfungsamt wird folgendermaßen verfahren: Platten des zu verpackenden Metalls werden teils in das zu prüfende Papier, teils in ein für diese Zwecke stets benutztes Vergleichspapier (reines Filtrierpapier) eingewickelt und in einem gegen die Außenatmosphäre gut abschließbaren Raum — z. B. unter einer Glasglocke oder in einem geeigneten Exsikkator — bei 92% relativer Luftfeuchtigkeit und 20° bzw. 40° aufbewahrt und beobachtet. Nach einem Vorschlag von NICKEL werden hierbei auf beide Seiten der eingewickelten Platten Glasstäbe gelegt und mit Klemmen fest gegen die Platten gedrückt (Abb. 50). Unter den Glasstäben kommt das Papier in sehr innige Berührung mit den Platten, so daß Korrosionen hier am ehesten auftreten und früher und

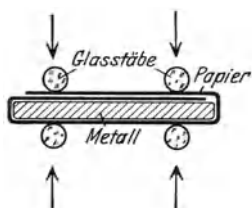


Abb. 50. Versuchsanordnung beim Wickelversuch.

sicherer wahrgenommen werden können, als die sonst ungleichmäßig über die ganzen Platten verteilten Flecke<sup>1, 2</sup>. Bei Metallen in Blattform (z. B. Aluminiumfolien, Blattsilber, unechtem Blattgold) werden einige Abschnitte des Metalls zwischen Proben des zu prüfenden Papiers bzw. zwischen Filterpapier gelegt und unter schwachem Druck in der angegebenen Weise gelagert.

Für die Einstellung der Luftfeuchtigkeit wird Schwefelsäure von 14,5 Gew.-% oder gesättigte, bodenkörperhaltige Sodalösung benutzt (vgl. S. 118). Die Temperatur wird durch Anwendung eines Thermostaten auf  $\pm 1^\circ$  genau konstant gehalten. Insbesondere ist plötzliche Abkühlung zu vermeiden, da sonst der Taupunkt unterschritten wird und Tropfwasserbildung eintritt.

Beobachtet wird, ob die Platten im Laufe von Tagen oder Wochen im Versuchspapier zeitiger oder stärker korrodieren als im Filtrierpapier; ist dies der Fall, so enthält das Papier Stoffe, die das betreffende Metall angreifen. Zeigen die Platten in beiden Papieren gleiches Verhalten, so ist das Versuchspapier als *technisch frei* von angreifenden Stoffen anzusehen.

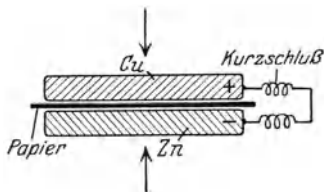


Abb. 51. Versuchsanordnung nach DALÉN.

Bei Papieren, die für den Überseetransport angewendet werden sollen, ist wegen der erforderlichen Angleichung an das Tropenklima insbesondere das Ergebnis der bei erhöhter Temperatur (40°) durchgeführten Versuche maßgebend. Sind ferner im Papier flüchtige korrodierende Stoffe zugegen, so tritt ihre Wirksamkeit in der Wärme deutlicher in Erscheinung als bei gewöhnlicher Temperatur. Da mit der Temperatur auch die Reaktionsgeschwindigkeit steigt, ist durch die Erwärmung eine Möglichkeit zur Beschleunigung des Lagerversuches gegeben.

## b) Schnellprüfung nach DALÉN.

Man legt einen Abschnitt des Papiers 1 h bei feuchter Luft aus und spannt ihn dann zwischen einer Kupfer- und Zinkplatte fest ein. Die Platten müssen vor dem Versuch mit Schmirgelpapier blank gerieben werden, brauchen aber nicht poliert zu sein. Sie bilden mit dem dazwischenliegenden Papier und einem verbindenden Metallbügel ein kurzgeschlossenes galvanisches Element (Abb. 51).

<sup>1</sup> Über die Prüfung von Papier auf Verhalten gegen Silber nach der Methode der Technical Association of the Pulp and Paper Industrie („Tappi“): Paper Trade J. Bd. 108 (1939) Nr. 1, S. 37 (T 444 m—39).

<sup>2</sup> Von KLEMM wurde für die Prüfung von Papier für Stahlwarenverpackung eine Arbeitsweise vorgeschlagen, die von der oben beschriebenen insofern abweicht, als zur Herstellung der Versuchskörper nicht Stahlplatten, sondern Stahldraht und schmales Stahlband verwendet werden, mit denen das Papier durchstochen wird [Wbl. Papierfabrikant 40 (1909) S. 1675].

Statt Kupfer und Zink können auch andere Metalle, die in der elektrischen Spannungsreihe genügend weit auseinander liegen, verwendet werden. Je nach der Menge der in dem Papier enthaltenen schädlichen Bestandteile tritt nach Minuten oder Stunden Anlaufen der Kupferplatte ein, in der Regel nach etwa 1 h. Ist nach 12 h noch keine Veränderung zu bemerken, kann das Papier als technisch frei von metallschädlichen Bestandteilen angesehen werden<sup>1</sup>.

## G. Flecke im Papier.

**Allgemeines.** In jedem Papier, sei es auch mit größter Sorgfalt hergestellt, sind Flecke in größerer oder geringerer Zahl enthalten. Wenn sie klein und nicht auffällig gefärbt sind und daher nur bei genauer Nachprüfung in Erscheinung treten, geben sie keinen Grund zur Beanstandung, da sie den Wert des Papiers nicht mindern. Der Nachweis der Ursache der Flecke hat in diesen Fällen meist kein Interesse; ebenso dann nicht, wenn sie so selten sind, daß der Mangel durch Sortieren der Bogen leicht zu beheben ist. Zuweilen treten aber Flecke so zahlreich, anhaltend und auffällig auf, daß sie die Verwendbarkeit des Papiers beeinträchtigen. Hier ist der Nachweis der Ursache, die in der Regel für die Mehrzahl der Flecke gemeinsam ist, von Bedeutung, weil damit Mittel und Wege für die Abhilfe des Übels gefunden werden können.

Viele Arten dieser massenweise auftretenden Fehler und Flecke sind dem Papiermacher wohlbekannt, so daß er ohne weiteres Abhilfe schaffen kann. Die Ursachen und Möglichkeiten des Entstehens von Flecken sind indessen so zahlreich und das Aussehen von Flecken verschiedener Art oft so gleich, daß es ohne chemische oder mikroskopische Prüfung nicht immer möglich ist, ihren Ursprung festzustellen. Sind die Bestandteile der Flecke ermittelt, so läßt sich oft ein Schluß auf die Entstehungsursache ziehen, in vielen Fällen sind aber genaue Kenntnisse der örtlichen Verhältnisse und der Herstellungsvorgänge nötig, um bestimmen zu können, an welcher Stelle des Betriebes oder in welchem Ausgangsmaterial die Quelle des Übels zu suchen ist.

Nach dem Aussehen kann man die am häufigsten auftretenden Flecke nach DALÉN<sup>2</sup>, der sich erstmalig mit der systematischen Untersuchung von Flecken befaßt hat, in folgende drei Gruppen einteilen:

*a) Flecke, die im auffallenden Licht dunkler, im durchfallenden Licht heller als das umgebende Papier sind:*

Harz-, Wachs-, Stearin-, Talg- und Fettflecke, Schaumflecke, Sandflecke, Knoten oder Katzen aus zusammengeballten, stark gepreßten Fasern und Faserteilchen, schlecht aufgeschlossene Papierabfälle, Anhäufungen von verkieselten oder verkalkten Zellen, Stärkekleister.

*b) Flecke, die sowohl im auffallenden wie im durchfallenden Licht dunkler oder anders gefärbt sind als das umgebende Papier:*

Eisenflecke, Bronzeflecke, Blei-, Kohlen-, Farben-, Siegellack- und Kautschukflecke<sup>3</sup>, gefärbte Fasern, Splitter von Holzschliff, Holz- und Strohstoff,

<sup>1</sup> Versuche, die Reinheit des Papiers durch Messen der Stärke oder des Widerstandes des elektrischen Stromes festzustellen, haben bisher noch zu keinem Ergebnis geführt, weil die Dicke des Papiers und die Menge des hygroscopischen Wassers einen unberechenbaren Einfluß auf das Ergebnis haben.

<sup>2</sup> DALÉN: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1906, S. 235. — Über Art und Entstehungsursachen von Flecken im Papier vgl. ferner: Papierfabrikant **1** (1903) S. 316; **4** (1906) S. 2272; **19** (1921) S. 694. — Papierztg. **37** (1912) S. 312. — Wbl. Papierfabr. **34** (1903) S. 3255; **39** (1908) S. 2605. — Zbl. Pap.-Ind. 1913, S. 110. — Paper Ind. **21** (1939) S. 423.

<sup>3</sup> Sowohl Lack- wie Kautschukflecke werden am leichtesten durch den charakteristischen Geruch erkannt, den sie verbreiten, wenn sie mit einer glühenden Nadel berührt werden. Die Kautschukflecke haben Ähnlichkeit mit Harzflecken und sind auch zuweilen im durchfallenden Licht etwas heller als das Papier.

Schäben von Hanf und Flachs, Schalen von Baumwollsamens, Pilz- (Stock-) Flecke.

c) *Flecke, die in dem Papier zunächst nicht sichtbar oder wenigstens nicht auffallend sind, aber beim Weiterverarbeiten (Glätten, Streichen, Pergamentieren, Präparieren für Lichtpaus- und Photographiezwecke) auftreten:*

Faserknoten, Chlorkalkreste, schwefligsaurer Kalk, Stärke, Eisen, Harz, Fett, Sand, Klümpchen von Füllstoffen, Holzschliff.

### Nachweis der Art der Flecke.

Eine allgemein gültige Arbeitsweise zum sicheren Nachweis der Bestandteile der Flecke läßt sich nicht angeben, auch wenn man sich auf die oben aufgeführten Fälle beschränkt. Wohl aber ist es möglich, durch planmäßige Ausführung einiger einfacher Prüfungen wichtige Aufschlüsse über die Natur der Flecke zu erhalten, die dann als Richtschnur für die weitere Untersuchung dienen können. Die nachfolgend wiedergegebenen Anleitungen gehen im wesentlichen auf Vorschläge von DALÉN zurück<sup>1</sup>.

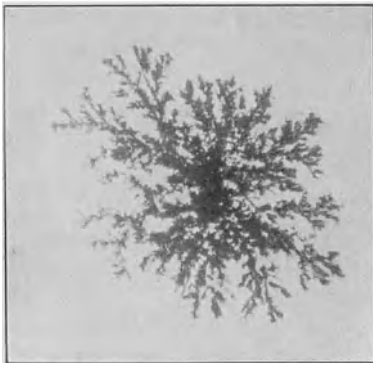


Abb. 52. Bronzefleck.

Der Gang der Untersuchung muß sich oft nach der Menge des Materials, d. h. in diesem Falle nach der Zahl der zur Verfügung stehenden Flecke richten. Die Aufgabe ist einfacher, wenn so viel Material vorhanden ist, daß für jeden Versuch neue Proben genommen werden können, schwieriger, wenn dieselben Proben für mehrere Versuche dienen müssen. In der Papierfabrik wird es nicht an Material fehlen, so daß dort immer der für die Prüfung bequemste Weg eingeschlagen werden kann.

Im nachstehenden ist die Reihenfolge der in Frage kommenden Versuche so gewählt, daß man mit möglichst wenig Material auskommen kann.

Ehe zur Prüfung der einzelnen Flecke übergegangen wird, kennzeichnet man mittels eines kleinen Bleistiftkreises eine genügende Anzahl derjenigen Flecke, die durch ihr gleichartiges Aussehen und ihre Häufigkeit den Anlaß zur Prüfung gegeben haben. Unterläßt man dies, so kann es vorkommen, daß man im Laufe der Prüfung irreführt wird, weil andere, unschuldigere Flecke bei der verschiedenartigen Behandlung, die das Papier erfährt, unter Umständen auffallender auftreten können als die, auf die es eigentlich ankommt.

Hat man die ganze Bahnbreite oder große Bogen vor sich, so ist auch darauf zu achten, ob die Flecke an bestimmten Stellen — in der Mitte oder in den Seitenbahnen — auftreten, sowie ob sie sich in der Laufrichtung in bestimmten Zwischenräumen wiederholen. Auf Grund solcher Beobachtungen läßt sich der Sitz des Übels oft schneller und sicherer als durch genaue Prüfung der einzelnen Flecke feststellen.

Hat man die Flecke gekennzeichnet, so werden sie einzeln so herausgeschnitten, daß sie in der Mitte eines etwa 1 cm<sup>2</sup> großen Papierstückes zu liegen kommen. Mit diesen Abschnitten werden, wenn nicht das Aussehen des Fleckes anderes Vorgehen ratsam erscheinen läßt, der Reihe nach folgende Versuche ausgeführt.

1. *Bronzeflecke, Holzsplitter, Schäben, Farbkörnchen.* Die Flecke werden ohne Einbettungsmittel unter dem Mikroskop bei 50facher Vergrößerung betrachtet und ihr Aussehen, ihre Form, Größe, Farbe usw. festgestellt. *Bronzeflecke*, die durch ihre besonders charakteristische Form auffallen (Abb. 52), *Holzsplitter*, *Schäben*, *Farbkörnchen* u. dgl. werden hierbei sofort erkannt.

<sup>1</sup> Siehe S. 95, Fußnote 2.

*Bronzeflecke* treten fast immer erst längere Zeit nach der Herstellung des Papiers auf. Gewöhnlich werden sie einige Tage oder Wochen nach dem Glätten bemerkt. Weil diese Flecke so spät sichtbar werden, ist es bisher nicht gelungen, völlige Klarheit über die Ursache ihrer Entstehung aus Bronzesplittern zu erhalten. Als Quelle für die Bronzesplitter sind bisher die Holländermesser, Ventile und Rohrleitungen von Sulfitkochern sowie zufällig in die Holländer hineingefallene Bronzeteile ermittelt worden. Am häufigsten treten die Flecke in Papieren aus Sulfitzellstoff auf, aber auch in Papieren von anderer Stoffzusammensetzung und ebenso in Sulfitzellstoffpappe sind sie schon beobachtet worden. Das einzige Mittel, dem Übelstand vorzubeugen, dürfte ein öfteres Beobachten des Zustandes aller Teile sein, von denen die Bronzeteile stammen könnten. In einigen Fällen wurde das zu scharfe Aufsetzen der Holländerwalze, in anderen bröckeliges Metall in den Holländermessern als Ursache für das Hineinkommen der Bronzesplitter in den Papierstoff festgestellt.

2. *Fett- und Harzflecke, Mineralölflecke, Teerfarben.* Man behandelt erst mit Alkohol, dann mit Äther. *Fett* und *Harz* enthaltende Flecke können hierbei entweder vollständig verschwinden oder nur ihre Durchsichtigkeit verlieren. *Fettflecke* ändern sich durch Behandlung mit kaltem Alkohol kaum, verlieren aber leicht ihre Durchsichtigkeit nach der Behandlung mit Äther. Von *Holzstoff* herrührende *Harzflecke* lösen sich sowohl in Äther wie in heißem Alkohol ziemlich schwer und hinterlassen oft einen schwach gefärbten, bröckeligen Kern, der aus Gips besteht und in einzelnen Fällen auch etwas schweflige Säure enthalten kann. Die vom Leim herrührenden Flecke sind in der Regel leicht löslich und hinterlassen selten deutliche Mengen anorganischer Bestandteile<sup>1</sup>.

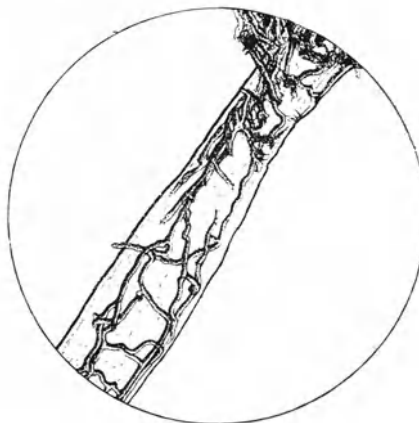


Abb. 53. Holzstofffaser aus einem Pilzleck herauspräpariert.

*Mineralölflecke* zeigen unter der Quarzlampe eine charakteristische bläulichweiße Fluoreszenz und verschwinden bei Behandlung mit Benzin.

*Teerfarben* machen sich bei der Alkoholbehandlung durch Auslaufen der Farbe bemerkbar.

3. *Faserknoten, Pilzflecke, Sklerenchymflecke, Kalkflecke.* a) Die nach der Alkohol-Ätherbehandlung noch vorhandenen Flecke werden mit Wasser ausgekocht und einige Zeit im Wasser gelassen. Einige Flecke werden dann auf den Objektträger gelegt und im Mikroskop bei schwacher Vergrößerung betrachtet. Hierbei ist darauf zu achten, ob der Fleck im Papier eine Erhöhung oder Vertiefung bildet, sowie darauf, ob er in der Mitte der Papierschicht oder auf der Ober- oder Unterseite (Siebseite) des Papiers liegt. Mit der Präpariernadel sucht man den Fleck möglichst unbeschädigt aus dem Papier zu heben und auf einen zweiten Objektträger zu bringen. Hier wird er mit Hilfe der Präpariernadeln verteilt und mit einem Tropfen einer Einbettflüssigkeit (Glyzerin, Wasser, Jod-Jodkalium- oder Chlorzinkjodlösung usw.) versetzt und nach dem Auflegen des Deckglases mikroskopisch untersucht. Besteht er aus Fasern, so ist auch genau darauf zu achten, ob auf und zwischen diesen *Pilzfäden* vorhanden sind (Abb. 53).

Große Ähnlichkeit mit den durch Knoten verursachten Flecken haben die durch verkieselte, *sklerenchymatische Zellen des Strohstoffes* bedingten. In Wasser quellen sie nur wenig auf, in Lauge dagegen ziemlich stark. Im mikroskopischen Bilde sind sie leicht zu erkennen<sup>2</sup> (Abb. 54).

<sup>1</sup> Nach SCHWALBE neigt das reine Harz weniger zur Bildung von Flecken als das mit Fettstoffen zusammen vorkommende, wie es im Holz und auch im Zellstoff stets vorhanden ist. Wbl. Papierfabr. 45 (1914) S. 2286.

<sup>2</sup> KORN: Sklerenchymflecke in Papier. Zellstoff u. Papier 7 (1927) S. 237; Wbl. Papierfabr. 58 (1927) S. 714 u. Papierfabrikant 25 (1927) S. 411.

b) Wenn die Flecke nach der Behandlung mit Alkohol-Äther und Wasser nicht herausgelöst werden können oder so hart und fest sind, daß sie auf dem Objektträger nicht zerteilt werden können, so legt man sie einige Stunden in 5- bis 10%ige Natronlauge, wäscht mit heißem Wasser aus und sucht sie dann herauszulösen, zu zerteilen und einzubetten.

c) Gelingt es auch nach der Behandlung mit Natronlauge nicht, die Flecke zu zerteilen, so werden die herausgelösten Splitter kurze Zeit auf dem Objektträger mit Chromsäurelösung behandelt; sie lassen sich dann, wenn es sich um organische Substanzen handelt, leicht in Einzelzellen auflösen. Die Chromsäure wird mit einem porösen Porzellanschalen aufgesaugt und die Fasern in beliebiger

Einbettflüssigkeit mikroskopiert.

d) Um in einem Fleck Gips nachzuweisen, erhitzt man den herausgelösten Kern auf dem Objektträger mit einem Tropfen Salzsäure und sucht nach dem Eintrocknen etwaige Gipskristalle unter dem Mikroskop nachzuweisen (vgl. S. 100).

4. *Eisenflecke*. Einige der ursprünglichen, oder weil Fett und Harz die Reaktion verhindern oder verzögern können, besser einige der mit Alkohol-Äther behandelten Flecke werden in eine mit Salzsäure angesäuerte, verdünnte Lösung von Kaliumferrocyanid und Kaliumferricyanid gelegt, nach 5 bis 15 min heraus-



Abb. 54. Fleck aus verkieselten Strohzellen (Sklerenchymzellen).

genommen und gewaschen. *Eisenflecke* aller Art werden hierbei durch Blaufärbung angezeigt. Durch Herauspräparieren mit einer magnetischen Stahlnadel läßt sich feststellen, ob es sich um metallisches Eisen oder um Eisenverbindungen handelt.

Bei dem Eisennachweis mit diesem Reagens ist zu berücksichtigen, daß auch *verholzte Fasern* bei längerem Liegen in der Lösung starke Blaufärbung zeigen können, ohne daß sie Eisen in nennenswerter Menge enthalten.

5. *Kupferflecke* lassen sich wie folgt nachweisen: Die Probe wird in etwa 10%ige Salpetersäure getaucht, nach dem Trocknen an der Luft mit einer Lösung von Kaliumferrocyanid behandelt und gewaschen. Flecke, die von metallischem Kupfer, Kupferoxyd oder -sulfid herrühren, erscheinen dann rotbraun (Bildung von Cupriferrrocyanid). Nach ROSCHIER und BACKMAN<sup>1</sup> ist in Zellstoffen auch mit dem Vorkommen von Kupfersulfid zu rechnen, das in 10%iger Salpetersäure unlöslich ist. Derartige Flecke, die im Aussehen Rußflecken gleichen, werden auf dem Objektträger in konzentrierter Salpetersäure gelöst; dann wird die überschüssige Säure abgedampft und der Rückstand mit Kaliumferrocyanid befeuchtet, wobei eine braune Fällung entsteht.

<sup>1</sup> ROSCHIER u. BACKMAN: Pappers- och Trävarutidskrift för Finland 1923, Nr. 5 S. 65; Übersetzung: Pappen- u. Holzstoffztg. 30 (1923) S. 388 u. 408.

6. *Bleiflecke*. In gebleichten Zellstoffen haben ROSCHIER und BACKMAN<sup>1</sup> mitunter auch *Bleiflecken* in Form von Superoxyd gefunden. Zur Identifizierung werden diese schwarzen Flecke auf dem Objektträger mit einem Tropfen konzentrierter Salzsäure angefeuchtet und über einer Flamme schwach erwärmt, bis die Säure verdunstet ist. Nach dem Abkühlen löst man den Rückstand wieder unter Erwärmung in einem Tropfen Wasser. War Blei zugegen, so sind nach etwa 1 h unter dem Mikroskop Bleichloridkristalle feststellbar (Abb. 55).

7. *Stärketeilchen, Sulfite*. Man behandelt mit verdünnter Jodlösung (stark verdünnte Jod-Jodkaliumlösung). Zum Nachweis von *Stärke* in Flecken wird zweckmäßig das mit Alkohol behandelte Papier benutzt.

Zum Nachweis von *Sulfiten* wird das ursprüngliche Papier in mit Stärkelösung versetzte Jodlösung (wenn das zu untersuchende Papier Stärke enthält, so ist der Zusatz von Stärkelösung überflüssig) und dann schnell in verdünnte Säure eingetaucht und herausgezogen. Ist schweflige Säure vorhanden, so entfärbt sich das Papier in und an den Flecken. Da das Entfärben oft nur vorübergehend ist, so muß das Verhalten des Papiers während des Versuches dauernd beobachtet werden.

Um *schweflige Säure* in den von Holzzellstoff herrührenden Harzflecken nachzuweisen, werden diese nach Behandlung mit Alkohol herausgelöst und in ein Reagensglas gebracht, worin sich eine mit möglichst wenig Jod blaugefärbte, angesäuerte Stärkelösung befindet. Die Entfärbung der Jodlösung zeigt schweflige Säure an. Durch blinde Probe überzeugt man sich, daß die Entfärbung nicht durch die Einwirkung der Papierfasern auf die Jodlösung erfolgt.

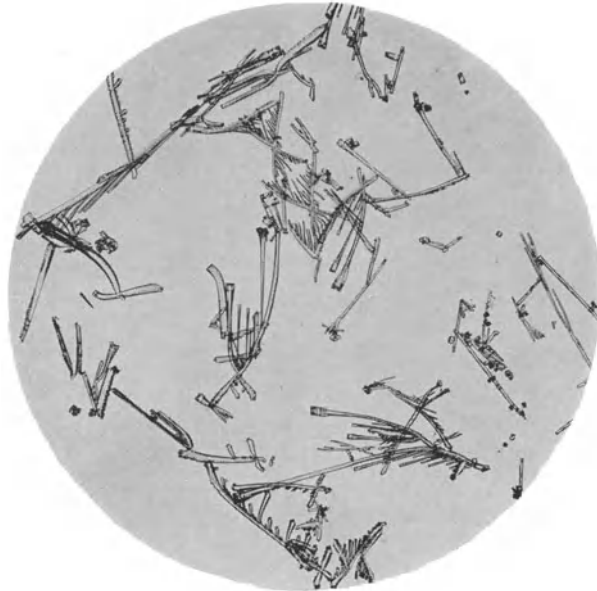


Abb. 55. Bleichloridkristalle. Vergr. 100fach. (Nach A. HERZOG.)

8. *Chlorkalkflecke („freies Chlor“)*. Da die Chlorkalk enthaltenden Stellen meist nicht sichtbar sind, so bepinselt man große Flächen des Papiers mit verdünnter Jodkalium-Stärkelösung und sieht zu, ob hierbei blaue Flecke auftreten. Durch Zusatz einiger Tropfen verdünnter Schwefelsäure zu der Stärkelösung wird die Empfindlichkeit der Reaktion erheblich gesteigert, aber hierbei ist zu bemerken, daß auch Eisenoxydverbindungen Jod freimachen und die Blaufärbung bewirken können. Wenn freies Chlor (Chlorkalk) vorhanden ist, so tritt die Blaufärbung sofort oder nach wenigen Minuten auf; nach längerem Liegen färbt sich das Papier infolge der Einwirkung von Luft und Licht auch ohne Anwesenheit von freiem Chlor oft blau.

In WURSTERS Di-Lösung<sup>2</sup> ist ein äußerst empfindliches Reagens auf freies Chlor gegeben, das aber auch gleichzeitig Ozon und Wasserstoffsuperoxyd anzeigt. Zum Nachweis von freiem Chlor wird das Papier mit kaltem, schwach angesäuertem Wasser ausgezogen

<sup>1</sup> ROSCHIER u. BACKMAN: Pappers- och Trävarutidskrift för Finland 1923, Nr. 5 S. 65; Übersetzung: Pappen- u. Holzstoffztg. 30 (1923) S. 388 u. 408.

<sup>2</sup> Vgl. S. 52.

und zu dem Auszug ein Tropfen Di-Lösung gesetzt. Bei Anwesenheit von freiem Chlor färbt sich die Flüssigkeit rot.

9. *Reaktion der Flecke.* Zur Feststellung, ob die Flecke eine von dem Papier abweichende Reaktion aufweisen, wird das Papier mit Indikatorlösungen (z. B. mit Lackmus, Methylorange, Kongorot, Phenolphthalein) bestrichen. In vielen Fällen ist es besser, mit den Indikatoren getränktes angefeuchtetes Filtrierpapier auf die Flecke zu legen und nach einiger Zeit zu beobachten.

10. *Nachweis von Fehlern, die im Papier nicht unmittelbar bemerkbar sind.*  
a) Das Papier wird mit Silbernitratlösung (5%ig) behandelt, im Dunkeln getrocknet und dann über eine Schale gelegt, in der sich etwas Jodlösung oder

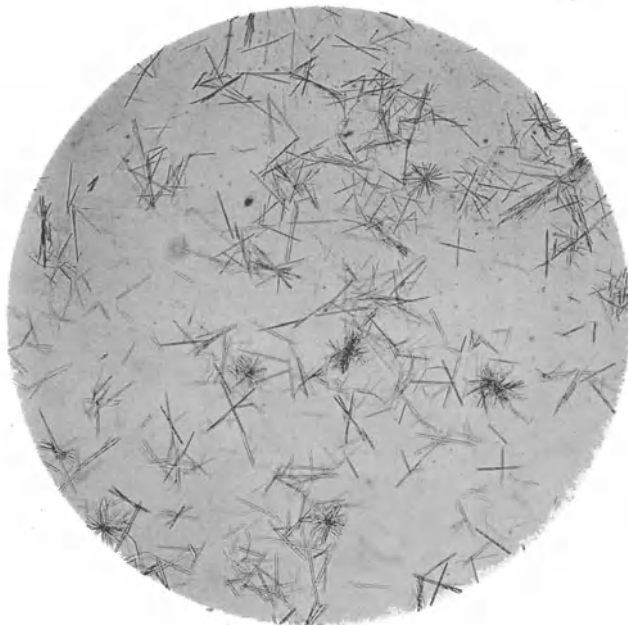


Abb. 56. Kalziumsulfatkristalle (zumeist auftretende Formen).  
Vergr. 100fach. (Nach A. Herzog.)

Bromwasser befindet. Wenn sich nach dieser Behandlung keine Flecke bemerkbar machen, wird das Papier nach vorhergegangener Belichtung in gewöhnlicher Weise entwickelt und fixiert.

b) Das Papier wird über eine flache Schale gelegt, in der sich eine geringe Menge eines der nachstehenden flüchtigen Reagenzien befindet: Alkohol, Äther, Terpentin, Anilinöl, Salz- und Salpetersäure, Jod, Brom usw. Das Versuchsmaterial ist hierbei mit einem Uhrglas bedeckt. Von Zeit zu Zeit wird nachgesehen, ob sich Flecke zeigen.

11. *Sand- oder Quarz-flecke*<sup>1</sup> entstehen beim

Glätten von Papier, wenn Sandkörnchen zerquetscht werden; die zerdrückte Masse bildet weiße Punkte, von denen oft Streifen ausgehen, gebildet durch weitergeführte Teile der Masse. Je dunkler die Farbe des Papiers ist, um so mehr treten diese Flecke in Erscheinung. In konzentrierter Schwefelsäure sind sie unlöslich; unter dem Mikroskop zeigen die zerquetschten Teilchen scharfen muscheligen Bruch und bei starker Vergrößerung oft Einschlüsse von flüssiger Kohlensäure mit Gasbläschen.

12. *Kalkflecke.* Neben Sand läßt sich manchmal auch *Kalk* nachweisen, wenn Bröckchen von Mauerwerk in den Papierstoff gelangt sind. In solchen Fällen erhält man die charakteristischen Gipskristalle, wenn man den herauspräparierten Fleck auf dem Objektträger in ein paar Tropfen warmer Salzsäure löst, erkalten läßt, einen Tropfen verdünnter Schwefelsäure zugibt und abdampft (Abb. 56).

<sup>1</sup> KLEMM: Papierkunde, 3. Aufl., S. 282. Leipzig 1923.

# Mechanisch-technologische und physikalische Prüfung.

## Allgemeine Prüfbedingungen.

Das Verhalten von Papier bei der Einwirkung von äußeren Kräften, quellenden Mitteln (Feuchtigkeit) und Wärme wird beeinflusst von der *stofflichen Beschaffenheit* und dem Aufbau des Papiers als *filzartiger, inhomogener* und *anisotroper* Körper.

1. Papier besteht im allgemeinen aus pflanzlichen Fasern<sup>1</sup>. Sowohl die Kohlehydrate der Fasersubstanz (Cellulose, Hemicellulosen) als auch das Lignin sind *hygroskopischer Natur* und der dadurch bedingte, in Abhängigkeit von der Luftfeuchtigkeit und Lufttemperatur wechselnde Wassergehalt der Fasern beeinflusst die physikalischen und mechanischen Eigenschaften des Papiers. Dies gilt auch für Zusatzstoffe anorganischer und organischer Herkunft (Füll-, Leim- und Imprägnierstoffe), soweit sie hygroskopisch sind. Die Beachtung der *Feuchtigkeits- und Temperaturverhältnisse* gehört daher zu den wesentlichen Erfordernissen der Papierprüfung.

2. Infolge des filzartigen Aufbaues ist der durch die äußere Oberfläche des Papierblattes abgegrenzte Raum nur zum Teil mit Fasern erfüllt, die ihrerseits wiederum Hohlkörper darstellen. Dieser Aufbau bewirkt ein *plastisches Verhalten* des Papiergefüges; hieraus folgt eine ausgeprägte *Zeitabhängigkeit* der Verformungsvorgänge bei der Einwirkung äußerer Kräfte.

3. Eine gleichmäßige Verteilung der Fasern im Blatt wird bei der Papierherstellung zwar angestrebt, praktisch jedoch nur unvollkommen erreicht. Daher sind alle Querschnitte des Papierblattes hinsichtlich der Anzahl der hindurchgehenden Einzelfasern voneinander verschieden, so daß die Raumerfüllung für jedes Raumelement einen anderen Wert annimmt, was äußerlich an der Durchsicht des Blattes erkennbar ist. Aus diesem Grunde sind auch die im Blatt bei der Einwirkung äußerer Kräfte auftretenden Spannungen in jedem Querschnitt voneinander verschieden, wobei die Wahrscheinlichkeit des Vorhandenseins schwacher Stellen mit zunehmender Probengröße in gesetzmäßiger Weise wächst. Daraus folgt, daß mit zunehmender Probengröße die Festigkeitswerte sinken. Die *Abmessungen der Proben* sind also bei mechanischen Untersuchungen von wesentlichem Einfluß auf das Prüfungsergebnis. Dasselbe gilt mehr oder weniger auch für physikalische Prüfungen.

Ferner verursacht die *Ungleichmäßigkeit des Gefüges* eine erhebliche *Streuung der Einzelwerte* innerhalb einer Beobachtungsreihe. Für die Bildung brauchbarer Mittelwerte ist daher eine von der Größe der Streuung abhängige Anzahl von Einzelversuchen erforderlich.

Außer der Ungleichmäßigkeit des Gefüges sind noch Ungleichmäßigkeiten über Bahnlänge und -breite zu beachten, worauf bei der Probeentnahme Rücksicht zu nehmen ist.

4. Fast alle Papiere zeigen mehr oder weniger deutlich eine *Fließstruktur des Gefüges*, die davon herrührt, daß sich die Fasern beim Auflaufen des Stoff-

<sup>1</sup> Für tierische Wolle gelten grundsätzlich die gleichen Gesetzmäßigkeiten, die im folgenden erörtert werden.



breies auf das Sieb bevorzugt in Richtung des Maschinenlaufes lagern. Aus dieser *Anisotropie* ergeben sich unterschiedliche physikalische und mechanische Eigenschaften in den verschiedenen Richtungen des Blattes. Folgerichtig müßte man bei der Prüfung zur vollständigen Kennzeichnung des Papiers eine größere Anzahl verschiedener Richtungen des Blattes berücksichtigen. Aus praktischen Gründen begnügt man sich jedoch mit den beiden Hauptrichtungen der Papierbahn.

Schließlich bestehen auch noch Unterschiede in der Faserlagerung zwischen *Unter-* (Sieb-) und *Oberseite* im Sinne einer stärkeren Orientierung in der Längsrichtung auf der Unterseite, hervorgerufen durch die Berührung mit dem bewegten Sieb.

Um bei mechanischen und physikalischen Papierprüfungen zu eindeutigen und wiederholbaren Ergebnissen zu gelangen, muß daher auf folgende Umstände Bedacht genommen werden:

*Luftfeuchtigkeit und Temperatur.*

*Abmessungen der Probe.*

*Zeitabhängigkeit* (Versuchsdauer bzw. Versuchsgeschwindigkeit).

*Zahl der Einzelversuche.*

## I. Luftfeuchtigkeit und Temperatur.

### 1. Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf den Wassergehalt von Papier.

Die pflanzliche Faser hat die Eigenschaft, ihren Wassergehalt der Feuchtigkeit der umgebenden Luft anzupassen, d. h. aus feuchter Luft Wasser aufzunehmen (*Absorption*) und an trockenere Luft Feuchtigkeit abzugeben (*Desorption*). Die Bindung der Wassermoleküle erfolgt hierbei vermutlich durch Nebenvalenzkräfte an die freien Hydroxylgruppen des Cellulosemoleküls. Bei genügend

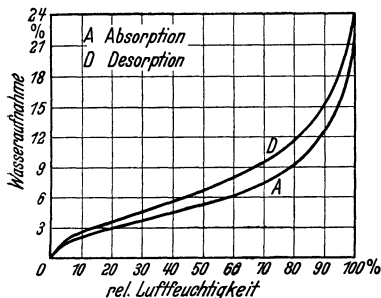


Abb. 57. Standard-Sorptionsrunde von Baumwolle bei 25°. (Nach URQUHART und WILLIAMS.)

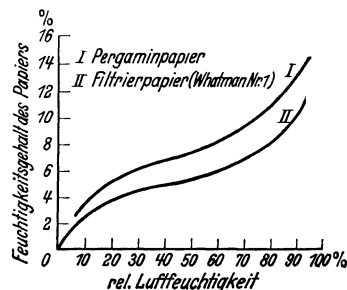


Abb. 58. Abhängigkeit des Feuchtigkeitsgehaltes von Papier von der relativen Luftfeuchtigkeit bei konstanter Temperatur.

langer Lagerung in einer Atmosphäre von bestimmter Feuchtigkeit und Temperatur kommt es zu einem Stillstand in der Wasseraufnahme bzw. -abgabe; der damit erreichte Gleichgewichtszustand ist jedoch nicht eindeutig, da der Wassergehalt verschieden ist, je nachdem, ob er durch Anpassung des Papiers aus einem feuchteren oder trockenere Zustand erhalten wurde (*Hysteresis*), und zwar wird ein höherer Wassergehalt gefunden, wenn das Fasermaterial aus einem feuchteren in einen trockenere Zustand gebracht wird, als wenn die Anpassung von einem trockenere Zustand zu einem feuchteren erfolgt. Der allgemeine Verlauf der Absorption bei konstanter Temperatur in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchtigkeit<sup>1</sup> ist in Abb. 57 am Beispiel der Sorptionsisothermen von Baumwolle, deren Verhalten am genauesten erforscht ist, und in

<sup>1</sup> Siehe S. 112.

Abb. 58 für zwei Papiere<sup>1</sup> dargestellt. Für die pflanzliche Faser ist die S-förmige Gestalt der Isothermen mit ihrem steilen Verlauf im Gebiet der niederen und hohen Luftfeuchtigkeit charakteristisch.

Den Einfluß von *Hysteresiserscheinungen* auf den Wassergehalt von Papier lassen die in Zahlentafel 2 zusammengestellten Ergebnisse von im *Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem* an je einem Sulfit- und Sulfatpapier ausgeführten Messungen erkennen<sup>2</sup>. Die untersuchten Papiere wurden je 3 Tage bei 97% und anschließend bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit ausgelegt und nach erfolgter Anpassung gewogen; daran schloß sich eine 3tägige Lagerung bei etwa 3% relativer Luftfeuchtigkeit und eine neuerliche Gewichtsbestimmung nach Anpassung an 65% relative Luftfeuchtigkeit. Dies wurde noch 3mal wiederholt, so daß sich insgesamt 2 geschlossene „Sorptionsrunden“ ergaben. — Die

Zahlentafel 2. Hysteresis bei der Sorption von Feuchtigkeit aus der Luft.

Vorbehandlung der Papiere	Wassergehalt der Papiere (%) nach Anpassung an 65% relative Luftfeuchtigkeit		
	Sulfitpapier <sup>3</sup> (ungebleicht)	Natronpapier <sup>2</sup> (gebleicht)	
1. Sorptionsrunde	D	9,22	9,25
	A	8,42	8,74
	D	9,13	9,06
2. Sorptionsrunde	A	8,44	8,59
	D	9,41	9,27
	A	8,28	8,49

A = nach einer der Anpassung an 65% relative Luftfeuchtigkeit vorausgehenden Lagerung bei 3% relativer Luftfeuchtigkeit (Absorption);

D = nach einer der Anpassung an 65% relative Luftfeuchtigkeit vorausgehenden Lagerung bei 97% relativer Luftfeuchtigkeit (Desorption).

noch, daß nach WALTER<sup>4</sup> die Anpassung schneller vor sich geht, wenn trockenes Papier in feuchte Luft gebracht wird als umgekehrt. Bei Versuchen mit Spinnpapieren fanden BRECHT, MICHAELIS und SCHRÖTER<sup>5</sup> allerdings keinen Unterschied in der Anpassungszeit.

## 2. Einfluß der Beschaffenheit des Papiers auf seinen Wassergehalt.

Während die Luftfeuchtigkeit einen Umweltseinfluß darstellt, der willkürlich verändert werden kann, besteht noch eine Abhängigkeit des Wassergehaltes von der *Beschaffenheit* des Papiers, wobei folgende Faktoren zur Geltung kommen:

- die *Eigenart der Faserstoffe* (Art der Faser, Aufschluß, Bleiche);
- der *Mahlungsstand*;
- die *Art und Menge* der dem Papier zugesetzten *Füll-, Leim- und Imprägnierstoffe*.

a) *Einfluß der Faserart*. Die einzelnen für die Papierherstellung in Betracht kommenden Faserarten nehmen bei einem bestimmten Feuchtigkeitsgehalt

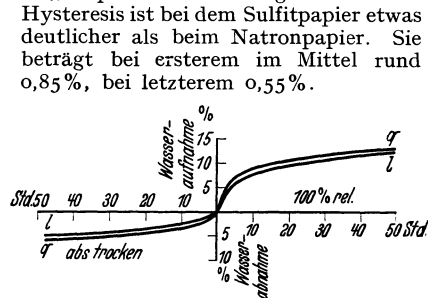


Abb. 59. Zeitabhängigkeit der Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe von Papier. (Nach E. L. WALTER)

Wie alle Sorptionsvorgänge bedarf der Feuchtigkeitsausgleich zwischen Luft und Papier erhebliche Zeit, wobei die Wasseraufnahme bzw. -abgabe in den ersten Stunden wesentlich höher ist als in den folgenden, wie dies aus Abb. 59 zu ersehen ist. Zu bemerken ist

<sup>1</sup> Nach ABRAMS u. BRABENDER: Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 15, S. 35.

<sup>2</sup> Bisher unveröffentlicht; vgl. auch JARREL: Paper Trade J. Bd. 85 (1927) Nr. 3, S. 47.

<sup>3</sup> Mahlungsgrad: 38° SR, Quadratmetergewicht: 60 g.

<sup>4</sup> Nach E. L. WALTER: Papierfabrikant 27 (1929) S. 369.

<sup>5</sup> BRECHT, W., R. MICHAELIS u. H. SCHRÖTER: Papierfabrikant 40 (1942) S. 185.

Zahlentafel 3. Wassergehalt von Papierstoffen bei verschiedener Luftfeuchtigkeit.

Feuchtigkeit der Luft %	Feuchtigkeitsgehalt				
	Baumwoll- halbzeug %	Leinen- halbzeug %	Natron- zellstoff %	Braunschliif %	Weißer Holzschliif %
40	4,9	5,3	5,8	6,4	8,0
50	5,4	6,0	6,6	7,2	8,8
60	5,7	6,3	7,4	8,0	9,4
70	6,1	6,8	8,4	8,8	10,0
80	6,8	7,7	9,6	9,9	10,6
90	8,0	9,5	11,3	11,5	12,0

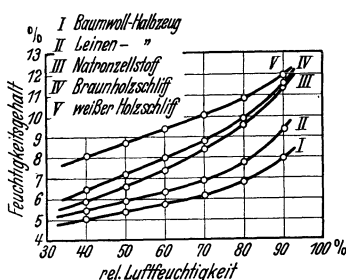


Abb. 60. Wasseraufnahme verschiedener Papierhalbstoffe bei verschiedener Luftfeuchtigkeit.

der Luft verschiedene Mengen Wasser auf, wie Zahlentafel 3 und Abb. 60 veranschaulichen<sup>1</sup>.

Die Hadernhalbstoffe weisen den geringsten Wassergehalt auf, Weißschliif den höchsten. Dieser Abstufung entspricht der Feuchtigkeitsgehalt von Papieren verschiedener Stoffarten bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit. Die in Zahlentafel 4 aufgeführten Werte sind Durchschnittswerte von einer sehr großen Anzahl im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem untersuchter Papiere. Während der Wassergehalt von Hadernpapieren bei der genannten Luftfeuchtigkeit nur 6% beträgt, steigt er bei stark holzhaltigen Papieren im Durchschnitt bis 9,3%, als Höchstwert wurde 10,3% beobachtet.

b) *Einfluß des Mahlgrades.* Mit steigendem Mahlgrad nimmt der Feuchtigkeitsgehalt des Papiers zu, wie aus Abb. 61 hervorgeht; es wird angenommen, daß dies auf die Vergrößerung der inneren Oberfläche bei Zunahme des Mahlgrades zurückzuführen ist. Der Unterschied im Wassergehalt zwischen Blättern von ungemahlenem und bis etwa 85° SR gemahlenem Zellstoff beträgt bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit im Durchschnitt etwa 1% (abs.). Dasselbe ergibt sich aus den von

Zahlentafel 4. Wassergehalt von Papieren verschiedener Stoffzusammensetzung bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit.

Papiersorte	Stoffzusammensetzung	Feuchtigkeitsgehalt der Papiere in %	
		Grenzwerte	Mittelwerte
Normal 1 . . . . .	Hadern	5,4—7,5	6,6
„ 2 . . . . .	Hadern	5,3—7,4	6,6
„ 3 . . . . .	Hadern und Zellstoff	5,4—7,8	6,8
„ 4 . . . . .	Zellstoff	5,2—10,3	7,0
„ 5 . . . . .	holzhaltig	6,1—9,0	8,0
„ 6 . . . . .	holzhaltig	6,8—10,0	8,4
Echt Manilapapier . . . . .	Manila	8,4—10,0	9,1
Zeitungsdruck . . . . .	stark holzhaltig	8,3—10,3	9,3

SEBORG, SIMMONDS und BAIRD<sup>2</sup> mitgeteilten Untersuchungen an Sulfit- und Natronpapier (Abb. 62).

c) *Der Einfluß der Bleiche,* von SEBORG, SIMMONDS und BAIRD<sup>2</sup> untersucht, ist aus Abb. 63 ersichtlich. Gebleichter Zellstoff nimmt infolge seines geringeren Ligningehaltes weniger Feuchtigkeit auf als ungebleichter, wobei die Differenz in linearer Beziehung zum Bleichgrad, bezogen auf den Chlorverbrauch, steht.

<sup>1</sup> MÜLLER-HAUSSNER: Die Herstellung und Prüfung des Papiers, S. 1642. Vgl. auch FAY: Wasseraufnahme der verschiedenen Faserstoffe bei verschiedener Luftfeuchtigkeit. Zellstoff u. Papier 6 (1926) S. 20.

<sup>2</sup> SEBORG, SIMMONDS u. BAIRD: Industr. Engng. Chem. 28 (1936) Nr. 11, S. 1245.

d) *Einfluß des Füllstoffgehaltes.* BRECHT und SCHMID<sup>1</sup> haben den Feuchtigkeitsgehalt von Papierblättern in Abhängigkeit von ihrem *Füllstoffgehalt* untersucht und sind dabei zu den in Abb. 64 wiedergegebenen Ergebnissen gekommen. Da die Füllstoffe, mit Ausnahme des natürlichen wasserhaltigen Gipses (Lenzin), an dem Feuchtigkeitsaustausch des Papiers mit der umgebenden Luft nicht beteiligt sind, muß der Wassergehalt mit Zunahme des Füllstoffgehaltes bei

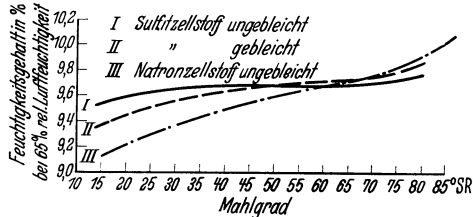


Abb. 61. Abhängigkeit des Feuchtigkeitsgehaltes von Zellstoff vom Mahlgrad.

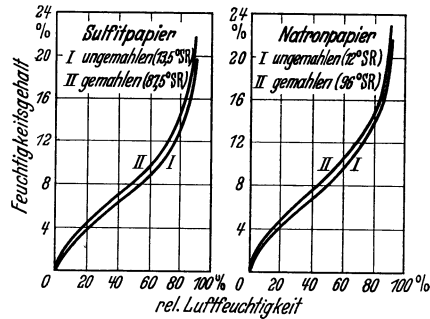


Abb. 62. Einfluß der Mahlung auf die Feuchtigkeitsaufnahme von Zellstoffpapier. (Nach SEBORG, SIMMONDS und BAIRD.)

Klimatisierung unter gleichen Bedingungen abnehmen; die auf das Fasergewicht bezogene Feuchtigkeitsmenge bleibt jedoch gleich.

e) Die *Leimung* übt nach Beobachtungen von KLEMM<sup>2</sup> keinen entscheidenden Einfluß auf die Menge der aus der Luft aufgenommenen Feuchtigkeit aus; sie verringert auch nicht die Aufnahmegeschwindigkeit. Die gleichen Beobachtungen wurden gelegentlich von Leimungsversuchen im *Staatlichen Material-*

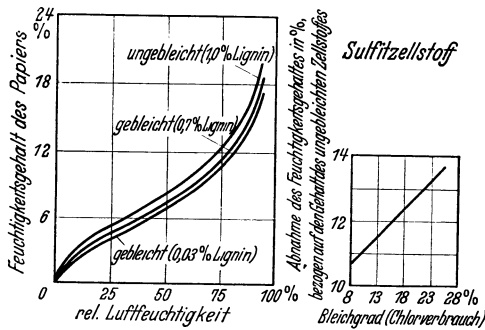


Abb. 63. Einfluß der Bleiche und des Bleichgrades auf die Wasseraufnahme von Zellstoff. (Nach SEBORG, SIMMONDS und BAIRD.)

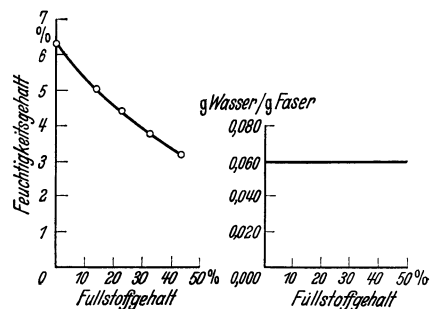


Abb. 64. Feuchtigkeit von Papier in Abhängigkeit vom Füllstoffgehalt bei 35% relativer Luftfeuchtigkeit.

*prüfungsamt Berlin-Dahlem* gemacht. Ungeleimte und in verschiedenen Abstufungen geleimte Versuchsblätter von gleichem Stoff und Mahlgrad ergaben nach der Klimatisierung bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit einen praktisch gleichen Feuchtigkeitsgehalt. Diese Feststellungen finden eine gewisse Bestätigung darin, daß nach STAEDEL<sup>3</sup> die Leimung ebenfalls keinen Einfluß auf die Größe des Wasserdampfdurchganges hat, der bekanntlich darauf beruht, daß das Papier auf der einen Seite aus feuchter Luft Wasserdampf aufnimmt und ihn auf der anderen Seite an trockenere Luft wieder abgibt.

f) Die *Dicke* hat bei gleichbleibendem Raumgewicht nach Eintritt des Gleichgewichtes keinen Einfluß auf den prozentualen Wassergehalt des Papiers.

<sup>1</sup> BRECHT u. SCHMID: Papierfabr. **35** (1937) S. 103.

<sup>2</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. **42** (1911) S. 2105.

<sup>3</sup> STAEDEL: Papierfabrikant **31** (1933) S. 545.

Dasselbe gilt von Änderungen des *Raumgewichtes*, die lediglich auf Verdichtung durch Pressung zurückzuführen sind. Ist jedoch an der Veränderung des Raumgewichtes der Mahlgrad oder der Füllstoffgehalt beteiligt, so treten die oben genannten Einflüsse in Erscheinung. In jedem Falle ist aber mit zunehmender Dicke und Dichte eine Verzögerung in der Anpassung des Papiers an die Feuchtigkeit der umgebenden Luft verbunden. Daher müssen Pappen, insbesondere solche von hohem Raumgewicht wie z. B. Preßspan und Kofferhartpappen, länger klimatisiert werden, um Gleichgewichtszustand zu erreichen, als es bei Papieren im allgemeinen erforderlich ist.

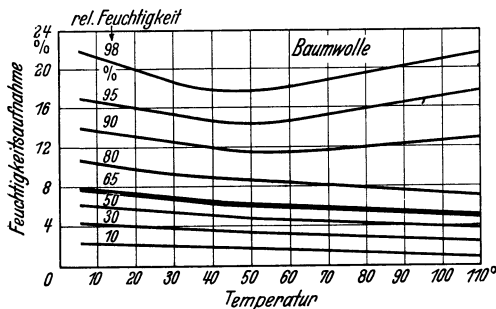


Abb. 65. Einfluß der Temperatur auf den Wassergehalt von Baumwolle. (Nach URQUHART und WILLIAMS.)

### 3. Einfluß der Temperatur auf den Wassergehalt von Papier.

Da sowohl den Absorptions- als auch den Quellungsvorgängen der pflanzlichen Faser ein negativer Temperaturkoeffizient zukommt, sollte bei konstanter relativer Luftfeuchtigkeit der Feuchtigkeitsgehalt von Papier mit steigender Temperatur stetig abnehmen. Dies ist im Gebiet mittlerer und niedriger Luftfeuchtigkeit auch der Fall, während bei höherer Luftfeuchtigkeit der Wassergehalt zunächst sinkt, um nach

Da sowohl den Absorptions- als auch den Quellungsvorgängen der pflanzlichen Faser ein negativer Temperaturkoeffizient zukommt, sollte bei konstanter relativer Luftfeuchtigkeit der Feuchtigkeitsgehalt von Papier mit steigender Temperatur stetig abnehmen. Dies ist im Gebiet mittlerer und niedriger Luftfeuchtigkeit auch der Fall, während bei höherer Luftfeuchtigkeit der Wassergehalt zunächst sinkt, um nach

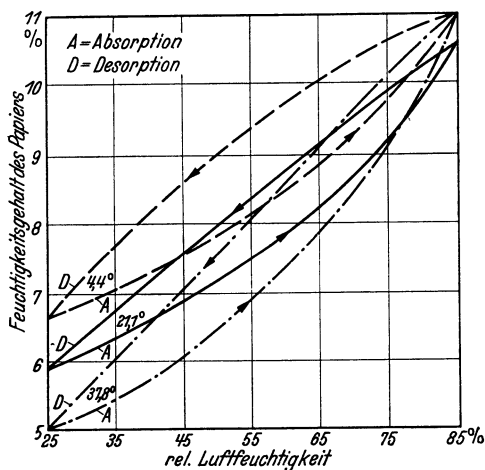


Abb. 66. Beziehung zwischen relativer Luftfeuchtigkeit und dem Feuchtigkeitsgehalt von Papier in Abhängigkeit von der Temperatur. (Nach R. W. K. ULM.)

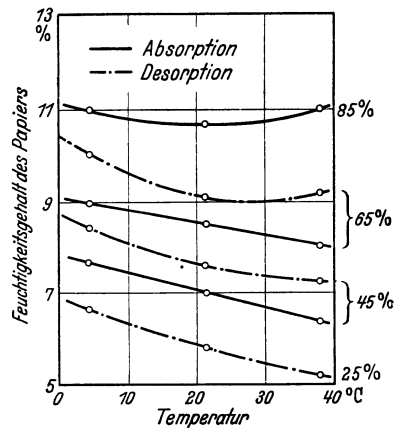


Abb. 67. Beziehung zwischen Temperatur und Feuchtigkeitsgehalt von Papier in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchtigkeit. (Nach R. W. K. ULM.)

Durchschreitung eines Minimums wieder anzusteigen, vermutlich infolge einer unter diesen Bedingungen eintretenden Vergrößerung der inneren Oberfläche.

Die Abb. 65 stellt die Ergebnisse umfangreicher Untersuchungen an Baumwolle dar, die von URQUHART und WILLIAMS<sup>1</sup> ausgeführt wurden und das oben Gesagte veranschaulichen. Zu ähnlichen Resultaten kam auch ULM<sup>2</sup> bei der Untersuchung verschiedener Papiere, wobei er auch die Änderung des Verlaufes der Sorptionshysteresis in Abhängigkeit von der Temperatur überprüfte (Abb. 66). Er fand ferner, daß im Gebiet mittlerer Luftfeuchtigkeit (etwa

<sup>1</sup> URQUHART u. WILLIAMS: J. Text. Inst., Manchr. 1924, S. 138, 433, 559.

<sup>2</sup> ULM, R. W. K.: Paper Trade J. Bd. 106 (1938) Nr. 8, S. 108.

bei 65%) die Vorgeschichte des Papiers insofern von Einfluß auf die Beziehung zwischen Temperatur und Papierfeuchtigkeit ist, als bei vorausgegangener Desorption die Temperatur-Papierfeuchtigkeitskurve ein Minimum aufweist, während nach Anpassung aus einem trockneren Zustand (Absorption) der Wassergehalt des Papiers mit zunehmender Temperatur stetig geringer wird (Abb. 67). Im Gegensatz zu MCKEE und SHOTWELL<sup>1</sup> stellte ULM außerdem fest, daß bei gleichbleibender absoluter Luftfeuchtigkeit der Wassergehalt des Papiers nicht von der Temperatur unabhängig ist, sondern mit steigender Temperatur stark abfällt.

#### 4. Einfluß des Wassergehaltes von Papier auf die physikalischen und mechanischen Eigenschaften.

##### a) Physikalische Eigenschaften.

α) Das *Quadratmetergewicht* ist dem Wassergehalt des Papiers linear proportional. Aus diesem Grunde muß die Zunahme des Quadratmetergewichtes bei steigender Luftfeuchtigkeit dem Verlauf der Absorptionsisotherme (Abb. 57) entsprechen, d. h. die Zunahme muß im Gebiet niedriger und hoher Luftfeuchtigkeit erheblicher sein als im mittleren Gebiet.

β) *Flächenänderung*. Mit steigender Luftfeuchtigkeit nimmt die Länge und Breite des Papierblattes und damit die Fläche zu, bei sinkender Luftfeuchtigkeit verringert sich das Flächenmaß.

Dies ist darauf zurückzuführen, daß mit Aufnahme und Abgabe von Feuchtigkeit eine Änderung des Quellzustandes eintritt. Da die Fasern im Papier bevorzugt parallel zum Maschinenlauf gerichtet sind und die Fasern quer zu ihrer Längsachse die größte Quellfähigkeit besitzen, sind die Längenänderungen in der Querrichtung erheblicher als in der Längsrichtung. Aus Zahlentafel 5 ist die Längenzunahme verschiedener Papiere bei Änderung der relativen Luftfeuchtigkeit von 30% auf 90% ersichtlich (vgl. S. 190f.).

γ) Bei der Prüfung der *Leimfestigkeit* nach der Tintenstrichmethode (vgl. S. 198f.) beeinflußt die Luftfeuchtigkeit nicht nur das Papier, sondern auch die Verdunstungsgeschwindigkeit der Tintenflüssigkeit. Bei niedriger Luftfeuchtigkeit verdunstet die Tinte schneller und kann demnach weniger tief eindringen als bei feuchter Luft. Bei Ausschluß der Verdunstung hat U. ALBRECHT<sup>2</sup> unter Benutzung des von ihm konstruierten Apparates die in Abb. 68 wiedergegebene Abhängigkeit des Tintendurchlasses von der relativen Luftfeuchtigkeit festgestellt. Der nach dieser Methode ermittelte Leimungs-

Zahlentafel 5. Längenzunahme bei Änderung der relativen Luftfeuchtigkeit von 30% auf 90%.

Bezeichnung der Papiere	längs %	quer %
Pauspapier . . . . .	0,55	2,08
Pausleinen . . . . .	0,37	1,69
Zeichenpapier . . . . .	0,31	1,66
Offsetkarton . . . . .	0,30	1,10
Ölpauspapier . . . . .	0,23	2,06
Papier für meteorologische Zwecke . .	0,17	1,03
Landkartenpapier . . . . .	0,16	0,90
Offsetpapier . . . . .	0,16	0,90
Chromopapier . . . . .	0,15	0,46
Zeichenkarton mit Metallfolieneinlage .	0,04	0,02

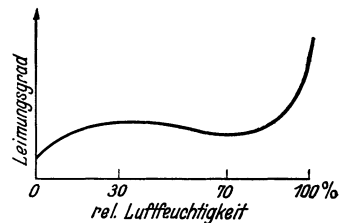


Abb. 68. Abhängigkeit des Leimungsgrades von der relativen Luftfeuchtigkeit. (Nach U. ALBRECHT.)

<sup>1</sup> MCKEE u. SHOTWELL: Paper Trade J. Bd. 94 (1932) Nr. 22, S. 33.

<sup>2</sup> ALBRECHT, UNO: Pappers- och Trävarutidskrift för Finland 1926, Nr. 10; Auszug: Wbl. Papierfabr. 57 (1926) S. 833.

grad steigt bis zu etwa 30% relativer Luftfeuchtigkeit zunächst an, fällt bis etwa 70% langsam ab, um darauf wieder zuzunehmen, was von BRECHT und LIEBERT<sup>1</sup> vollauf bestätigt wurde. Den letzten Anstieg führt ALBRECHT auf eine chemische Veränderung des Leimmittels unter Einwirkung feuchter Luft zurück, die er mit „Feuchthärtung“ bezeichnet. Es soll der gleiche Vorgang sein, von dem in der Praxis Gebrauch gemacht wird, um mangelhafte Leimfestigkeit durch Lagern des Papiers in feuchter Luft zu verbessern.

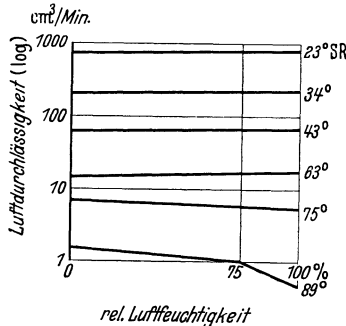


Abb. 69. Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Luftdurchlässigkeit von Papier in Abhängigkeit vom Mahlgrad. (Nach STOEWER.)

δ) Auch die *Luftdurchlässigkeit* von Papier wird in Abhängigkeit vom Mahlgrad nicht unwesentlich von der Luftfeuchtigkeit beeinflusst. Die von STOEWER<sup>2</sup> gefundenen Kurven (Abb. 69) zeigen bis zu einem Mahlgrad von etwa 70° SR mit zunehmender Luftfeuchtigkeit einen Anstieg, bei höheren Mahlgraden jedoch einen Abfall des Luftdurchlasses. Es muß daraus geschlossen werden, daß das Gefüge röscher Papiere bei Einwirkung von Feuchtigkeit lockerer und daher luftdurchlässiger, das von schmierigen Papieren jedoch dichter wird. Vielleicht läßt sich diese Erscheinung aus der geringeren Plastizität der röscheren Pa-

piere erklären, die bewirkt, daß bei der Feuchtigkeitsaufnahme die ursprünglich durch Pressendruck im feuchten Zustand erzeugte Dichte teilweise wieder aufgehoben wird.

**b) Mechanische Eigenschaften.**

α) Beim *Zugversuch* nimmt die *Bruchlast* zunächst mit steigender Luftfeuchtigkeit zu, um zwischen 30% und 40% relativer Luftfeuchtigkeit einen

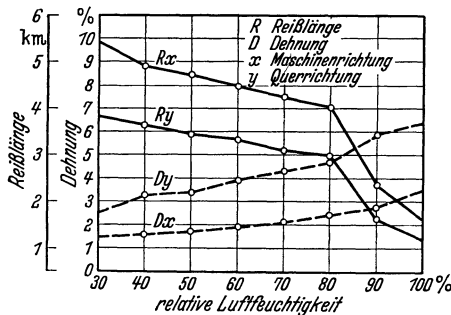


Abb. 70. Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Zugfestigkeit.

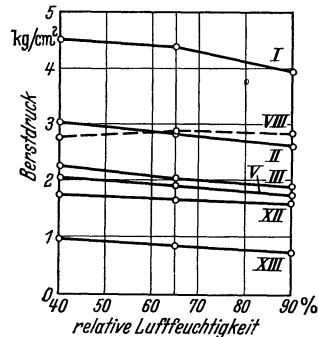


Abb. 71. Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf den Berstwiderstand. (Nach CH. BOERNER.)

Höchstwert anzunehmen. Von da an beginnt die Zugfestigkeit wieder abzufallen, besonders steil bei einem Luftfeuchtigkeitsgehalt über 80% (Abb. 70).

Der Anstieg im Gebiet niedriger Feuchtigkeit, der durch Versuche des *Bureau of Standards*<sup>3</sup> belegt ist, wird von CARSON<sup>4</sup> auf eine Zunahme der Zugfestigkeit und Biegsamkeit der Einzelfasern zurückgeführt. Da von den Baumwoll-, Leinen- und Hanfasern bekannt ist, daß sie im feuchten Zustand fester sind

<sup>1</sup> BRECHT, W. u. E. LIEBERT: Papierfabrikant 41 (1943) S. 21.  
<sup>2</sup> STOEWER: Wbl. Papierfabr. 64 (1933) S. 57.  
<sup>3</sup> HOUSTON, CARSON u. KIRKWOOD: The Effect of Atmospheric Humidity in the Physical Testing of Paper. Paper Trade J. Bd. 76 (1923) Nr. 15, S. 237—251.  
<sup>4</sup> CARSON: An Analysis of the Strength of Paper. Paper Trade J. Bd. 78 (1924) Nr. 12, S. 51—56.

als im trockenem<sup>1</sup>, kann dies ebenso für die Zellstoffasern angenommen werden, wenn hierüber auch keine Messungen vorliegen. Einem weiteren Anstieg der Bruchlast wirkt mit zunehmendem Feuchtigkeitsgehalt des Papiers in höherem Maße die Abnahme der Reibung der Fasern untereinander entgegen.

Die *Reißlänge* steht in einer stärkeren Abhängigkeit von der Luftfeuchtigkeit als die Bruchlast, weil sich das in die Rechnung eingehende Quadratmetergewicht mit steigender Luftfeuchtigkeit erhöht. Dadurch fällt im Vergleich mit der Bruchlast der Anstieg im Gebiet niedriger Luftfeuchtigkeit prozentual geringer aus, während der Abfall bei hoher Luftfeuchtigkeit noch deutlicher in Erscheinung tritt.

Die *Zugdehnung* nimmt stetig mit dem Wassergehalt des Papiers zu (Abb. 70).

β) Der *Berstdruck* wird von der Luftfeuchtigkeit in ähnlicher Weise beeinflusst wie die *Bruchlast* beim Zugversuch, doch ist hier die Auswirkung zahlenmäßig geringer, wie dies einige im *Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem* von CH. BOERNER<sup>2</sup> ausgeführte Versuche zeigen (Abb. 71). Die *Wölbhöhe* nimmt mit steigender Luftfeuchtigkeit zu.

γ) Am bedeutendsten ist der Einfluß der Luftfeuchtigkeit beim *Falzversuch* (Abb. 72), und zwar meist im umgekehrten Sinne wie beim Zug- und Berstversuch: der Falzwiderstand wächst im allgemeinen in erheblichem Maße mit Zunahme der Luftfeuchtigkeit. Nur sehr weich und locker gearbeitete Papiere, wie Löschpapiere, machen hiervon eine Ausnahme, d. h. die Falzzahl nimmt hier mit wachsender Feuchtigkeit ab.

Dies läßt sich folgendermaßen erklären: Beim Falzversuch wird das Papier gleichzeitig auf Biegung und Zug beansprucht. Mit Erhöhung des Feuchtigkeitsgehaltes wächst der Widerstand gegen Biegen, der gegen Zug nimmt ab. Bei Papieren von normalem Gefüge steht nun der günstige Einfluß der Feuchtigkeit auf den Biegewiderstand offensichtlich im Vordergrund, bei Papieren von röschem Stoff und lockerem Gefüge jedoch das durch die Feuchtigkeit begünstigte Gleiten der unter Zug stehenden Fasern<sup>3</sup>.

### c) Einfluß der Sorptionshysterese auf die Festigkeitseigenschaften.

So wie der Wassergehalt von Papier von dem der Klimatisierung vorausgehenden Zustand abhängig ist (vgl. S. 102), trifft dies nach Feststellungen von BURGSTALLER<sup>4</sup> auch für die Festigkeitseigenschaften zu. Die *Zugfestigkeit*<sup>5</sup>, der *Berst-* und der *Durchreißwiderstand* (ELMENDORF-Zahl) sind höher, wenn die Anpassung einer Absorptionsisotherme folgt, das Papier also vor der Klimatisierung trockener war, als wenn der Anpassung ein feuchterer Zustand vorausgegangen ist. Für die *Falzzahl* gilt das Gegenteil; hier führt die von einer Feuchtigkeitsaufnahme begleitete Anpassung von trockenem Papier zu niedrigeren Werten als die Desorption von feuchtem Papier.

<sup>1</sup> „Hütte“, Taschenbuch der Stoffkunde, 2. Aufl., S. 602. Berlin 1937.

<sup>2</sup> BOERNER, CH.: Papierfabrikant **26** (1928) S. 521.

<sup>3</sup> Nach LUTI (Chem. Weekbl. 1938, Nr. 11) zeigt der Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf den Falzwiderstand bei *oberflächengeleimten* Papieren ein besonderes Verhalten, insofern als bei 65% relativer Luftfeuchte ein Maximum erreicht wurde. Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem ist an einem oberflächengeleimten Hadernpapier eine Nachprüfung ausgeführt worden. Hierbei ergab sich jedoch keine Abweichung vom normalen Verhalten.

<sup>4</sup> Bisher noch nicht veröffentlicht.

<sup>5</sup> Über den Einfluß der Feuchtigkeitshysterese auf die Zugfestigkeit von Spinnpapier vgl. S. KÖHLER: Svensk Papp. Tidn. **1941**, Nr. 15, sowie W. BRECHT, R. MICHAELIS u. H. SCHRÖTER: Papierfabrikant **40** (1942) S. 186.

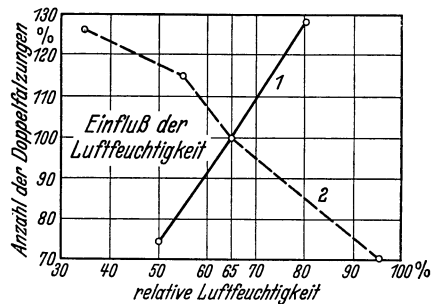


Abb. 72. Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf den Falzwiderstand. 1 Mittelwerte von 9 geprüften Papieren; 2 Filterpapier (100 g/m<sup>2</sup>), Anzahl der Doppel-faltungen bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit = 100.



In Zahlentafel 6 sind die bei der Untersuchung eines Sulfitzellstoffpapiers gefundenen Werte zusammengestellt. Die Prüfung erfolgte nach Anpassung bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 65% und einer Temperatur von 20°, wobei der Klimatisierung eine Lagerung des Papiers bei rund 3% bzw. rund 97% relativer Luftfeuchtigkeit vorausgegangen war. Es ist ersichtlich, daß der Einfluß der Hysteresis insbesondere auf den Falz widerstand erheblich sein kann, wenn auch bei weniger extremem Luftfeuchtigkeitswechsel und „gereiftem“ Papier<sup>1</sup> meist geringere Unterschiede gefunden werden.

Zahlentafel 6. Einfluß der Hysteresis auf die Festigkeitseigenschaften von Papier.

- A: nach 3tägiger Anpassung an 65% relative Luftfeuchtigkeit (Ausgangszustand);
- B: nach 3tägiger Lagerung bei etwa 3% und darauffolgender 3tägiger Anpassung an 65% relative Luftfeuchtigkeit;
- C: nach 3tägiger Lagerung bei 97% und darauffolgender 3tägiger Anpassung an 65% relative Luftfeuchtigkeit.

Versuchsmaterial: Normalpapier 4a (Sulfitzellstoff).

Art der Klimatisierung	Feuchtigkeitsgehalt		Reißlänge <sup>2</sup>		Berstdruck		Anzahl der Doppelfaltungen <sup>2</sup>		ELMENDORF-Zahl <sup>2</sup>	
	%	Verhältniszahl <sup>3</sup>	km	Verhältniszahl <sup>3</sup>	kg/cm <sup>2</sup>	Verhältniszahl <sup>3</sup>	absoluter Wert	Verhältniszahl <sup>3</sup>	absoluter Wert	Verhältniszahl <sup>3</sup>
A	8,44	100	6,96	100	1,29	100	47	100	17,7	100
B	8,15	96,5	7,02	100,9	1,39	107,5	39	83	18,3	103,3
C	8,67	102,5	6,91	99,4	1,23	95,3	51	108,5	16,6	93,9

### 5. Einfluß der Temperatur auf die Festigkeitseigenschaften.

Die Festigkeitseigenschaften von Papier sind außer von der relativen Luftfeuchtigkeit auch von der Temperatur des Klima- und Prüfraumes abhängig.

Bei Versuchen, die von BURGSTALLER im Staatlichen Materialprüfungsamt

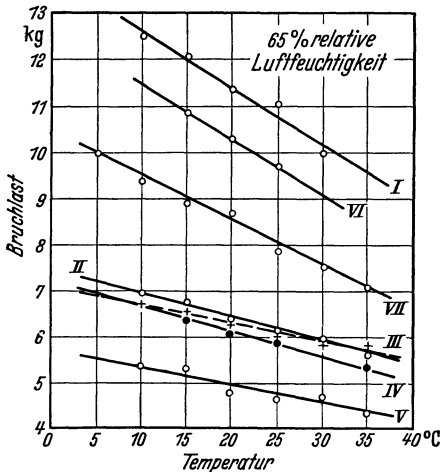


Abb. 73. Einfluß der Temperatur auf die Zugfestigkeit. (Nach BURGSTALLER.) I Normal 2 a; II Normal 4 a; III Sulfit-spinnpapier; IV Kabelpapier (Natron); V Holzschliff; VI Sulfitzellstoff, ungebleicht; VII Sulfitzellstoff, gebleicht.

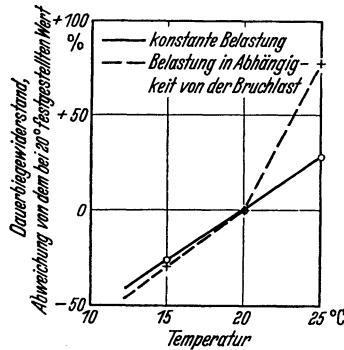


Abb. 74. Einfluß der Temperatur auf den Dauerbiegewiderstand. Mittlere Abweichung des Biege widerstandes zwischen 15 und 25° von den bei 20° festgestellten Werten für die in Zahlentafel 7 aufgeführten Papiere. (Nach BURGSTALLER.)

ausgeführt wurden<sup>4</sup>, nimmt bei gleichbleibender relativer Luftfeuchtigkeit (65%) und steigender Temperatur (10° bis 35°) die Zugfestigkeit ab (vgl. Abb. 73),

<sup>1</sup> Bei höherer Luftfeuchtigkeit gelagertes Papier.

<sup>2</sup> Mittel aus der Längs- und Querrichtung.

<sup>3</sup> Bezogen auf den Wert A.

<sup>4</sup> Noch unveröffentlicht.



Papier ausüben, machen eine genaue Beachtung dieser Faktoren bei der Prüfung erforderlich, da hiervon die Eindeutigkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse weitgehend abhängig ist. Dieser Forderung wird dadurch Rechnung getragen, daß die Prüfungen bei einer bestimmten Luftfeuchtigkeit und Temperatur ausgeführt werden, nachdem die Proben zuvor so lange bei der gleichen Luftfeuchtigkeit ausgelegt haben, bis Anpassung erfolgt ist. Man muß daher im Versuchsraum Vorkehrungen treffen, um die Prüfungen bei stets gleichem Feuchtigkeitsgehalt und gleicher Temperatur der Luft ausführen zu können. Als normale Luftfeuchtigkeit ist in den ersten Jahren nach der Gründung der damaligen Kgl. Mechanisch-Technischen Versuchsanstalt in Charlottenburg eine relative Luftfeuchtigkeit von 65% gewählt worden, als Normaltemperatur sind später 20° festgesetzt worden. Die Luftfeuchtigkeit ist zwar während des größten Teiles des Jahres, namentlich im Winter, geringer als 65%; man hat sich jedoch dafür entschieden, weil es im allgemeinen leichter ist, eine bestehende Luftfeuchtigkeit zu erhöhen, als zu erniedrigen. Diese „normale Luftfeuchtigkeit“ von 65% für den Prüfraum ist inzwischen von fast allen Stellen, die sich mit Papierprüfung befassen, übernommen worden<sup>1</sup>.

### a) Grundbegriffe.

Als *absolute Feuchtigkeit* ( $f$ ) wird das Gewicht des Wasserdampfes in 1 m<sup>3</sup> Luft bezeichnet (g/m<sup>3</sup>), wobei jeder Temperatur ein höchstmöglicher Wasserdampfgehalt ( $F$ ) zugeordnet ist, der dem *Sättigungszustand* entspricht.

Als *absoluter Dampfdruck* oder *Tension des Wasserdampfes* ( $e$ ) wird der bei einer bestimmten Temperatur meßbare Teildruck (Partialdruck) des Wasserdampfes (mm QS) verstanden; jeder Temperatur entspricht ein höchstmöglicher Dampfdruck, der *Sättigungsdruck* ( $E$ ) genannt wird.

Zwischen der absoluten Feuchtigkeit  $f$  und dem Wasserdampfdruck  $e$  bei der Temperatur  $t$  besteht folgende Beziehung:

$$f = e \cdot \frac{1,060}{1 + 0,00367 \cdot t}.$$

Aus dieser Gleichung ergibt sich der für überschlägige Rechnungen vorteilhafte Umstand, daß in dem hier hauptsächlich interessierenden Temperaturbereich von 10 bis 30° die Zahlenwerte für die absolute Feuchtigkeit (in g/m<sup>3</sup>) und dem dazugehörigen Dampfdruck (in mm QS) mit guter Annäherung übereinstimmen (bei 16,35° sind sie identisch). Als weitere Erleichterung kommt noch hinzu, daß die Zahlenwerte für die Temperaturen zwischen 10 und 30° denen für den absoluten Dampfdruck und damit auch für den absoluten Feuchtigkeitsgehalt nahekommen (Zahlentafel 8).

Zahlentafel 8.

Temperatur ( $t$ ) ° C	Sättigungsdruck ( $E$ ) mm QS	Absoluter Feuchtigkeitsgehalt im Sättigungszustand ( $F$ ) g/m <sup>3</sup>
10	9,21	9,41
15	12,79	12,85
20	17,53	17,31
25	23,76	23,07
30	31,82	30,39

Das Verhältnis zwischen dem tatsächlich vorhandenen absoluten Wasserdampfgehalt der Luft bei einer bestimmten Temperatur und dem Dampfgehalt im Zustand der Sättigung, also dem bei dieser Temperatur höchstmöglichen Wasserdampfgehalt, wird als *relative Luftfeuchtigkeit*

<sup>1</sup> Von verschiedenen Seiten gemachte Vorschläge, zur besseren Anpassung an die natürlichen Verhältnisse von 65% relativer Luftfeuchtigkeit auf eine niedrigere herabzugehen, haben sich bisher nicht durchsetzen können, weil damit in vielen Fällen eine Verteuerung der automatischen bzw. eine Erschwerung der behelfsmäßigen Klimatisierung verbunden sein würde. Ferner würden bei einer Neufestsetzung der Normalfeuchtigkeit die unter den neuen Bedingungen erhaltenen Ergebnisse mit allen früheren nicht mehr vergleichbar sein, was wiederum eine Änderung vieler Güte- und Liefervorschriften bedingen würde.

bezeichnet. Sie wird üblicherweise in Prozenten des maximal möglichen Dampfgehaltes ausgedrückt<sup>1</sup>:

$$\text{Relative Luftfeuchtigkeit} = \frac{f}{F} \cdot 100 \quad [\%].$$

Die relative Luftfeuchtigkeit ist in erster Linie für die physikalischen und mechanischen Eigenschaften der Faserstoffe von Bedeutung, während der Einfluß der absoluten Feuchtigkeit demgegenüber im allgemeinen zurücktritt.

Bei manchen Versuchsanordnungen ist auch die Beachtung des *Taupunktes* ( $\tau$ ) von Belang. Darunter wird diejenige Temperatur verstanden, bei der ein bestimmtes Luft-Wasserdampfgemisch den Sättigungszustand erreicht und deren Unterschreitung daher zur Ausscheidung des überschüssigen Wasserdampfes in tropfbar flüssiger Form (Taubildung) führt.

### b) Die Messung der Luftfeuchtigkeit.

Für die Messung der Luftfeuchtigkeit sind zahlreiche Methoden und Apparate bekannt geworden, von denen aber nur ein kleiner Teil in die Prüfpraxis Eingang gefunden hat<sup>2</sup>. Es sind vor allem diejenigen, die auf einfache Weise eine unmittelbare Bestimmung der relativen Feuchtigkeit ermöglichen, nämlich die *psychrometrische Methode* und die Messung mit *Haarhygrometern*.

$\alpha$ ) Die *psychrometrische Methode* beruht auf der unterschiedlichen Temperaturangabe zweier Thermometer, deren Quecksilbergefäße in einen rasch bewegten Windstrom der zu prüfenden Luft eintauchen und von denen das eine mit Wasser benetzt wird. Das befeuchtete Thermometer zeigt infolge der Verdunstungskälte eine geringere Temperatur als das trockne. Aus der sich ergebenden „*psychrometrischen Differenz*“, den Sättigungsdrücken bei der Temperatur des feuchten und trocknen Thermometers sowie dem Luftdruck kann die gesuchte absolute Dampfspannung  $e$  bzw. die relative Feuchtigkeit berechnet werden unter Benutzung der Gleichungen:

$$\text{absoluter Dampfdruck } (e) = E' - A(t - t') \cdot B \quad [\text{mm QS}],$$

$$\text{relative Feuchtigkeit} = \frac{e}{E} \cdot 100 = \frac{E' - A(t - t') \cdot B}{E} \cdot 100 \quad [\%].$$

$E$  = Sättigungsdruck bei der Temperatur des trocknen Thermometers,  
 $E'$  = Sättigungsdruck bei der Temperatur des feuchten Thermometers,  
 $t$  = Temperatur des trocknen Thermometers,  
 $t'$  = Temperatur des feuchten Thermometers,  
 $B$  = Luftdruck (in mm QS),  
 $A$  = Apparatekonstante, durch die die verschiedenen Einflüsse,

wie Luftgeschwindigkeit, Wärmeströmung und -strahlung Berücksichtigung finden.

Von den verschiedenen auf dem Markt befindlichen Geräten ist das *ASSMANNsche Aspirationspsychrometer* das gebräuchlichste und vollkommenste (Abb. 76).

<sup>1</sup> Nach einer anderen Definition wird die *relative Luftfeuchtigkeit* als prozentuales Verhältnis zwischen dem tatsächlichen und dem bei einer bestimmten Temperatur maximal möglichen Dampfdruck ausgedrückt:

$$\text{Relative Luftfeuchtigkeit} = \frac{e}{E} \cdot 100 \quad [\%].$$

Für das Verhältnis zwischen diesen beiden Ausdrucksformen für die relative Luftfeuchtigkeit und ihrer angenäherten zahlenmäßigen Übereinstimmung gilt das für die absolute Feuchtigkeit und für den Dampfdruck Gesagte.

<sup>2</sup> Eine ausführliche Darstellung der Methoden der Luftfeuchtigkeitsmessung und ihrer physikalischen Grundlagen findet sich bei H. BONGARDS: Feuchtigkeitsmessung. München und Berlin 1926 und E. KLEINSCHMIDT: Handbuch der meteorologischen Instrumente. Berlin 1935.

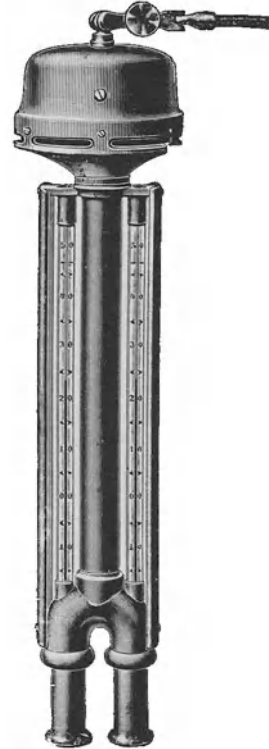


Abb. 76. ASSMANN'S  
Aspirationspsychrometer  
(Wilh. Lambrecht A.G.).

Es besteht aus zwei exakt geeichten Thermometern mit  $\frac{1}{5}^{\circ}$ -Teilung, deren Enden mit den Quecksilbergefaßen in parallel gestellte doppelwandige, zylindrische Röhren eingeführt sind. Diese Röhren vereinigen sich in ihrem oberen Teil zu einer langen Röhre, die zu einem Ventilator mit Federantrieb oder elektromotorischem Antrieb führt. Das eine der beiden Thermometer trägt über dem Quecksilbergefaß eine Umhüllung aus saugfähigem Baumwollgewebe, mit dessen Hilfe das Thermometer feucht gehalten wird.

Die Zuverlässigkeit der Anzeige des Psychrometers ist von der genauen Beachtung einiger Faktoren abhängig, die sich auf die Aufstellung des Instrumentes und seine Pflege beziehen<sup>1</sup>. Insbesondere ist darauf zu achten, daß die Wind-

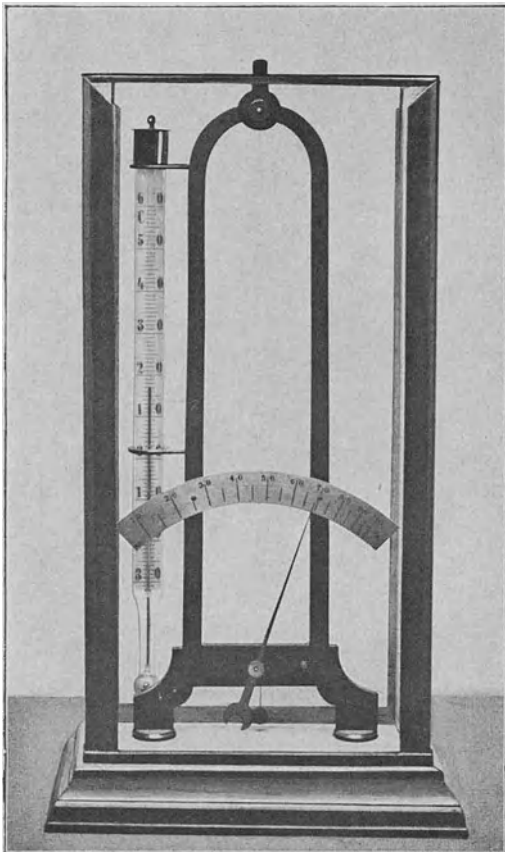


Abb. 77. Haarhygrometer nach KOPPE.  
(R. Fueß, Berlin-Steglitz.)

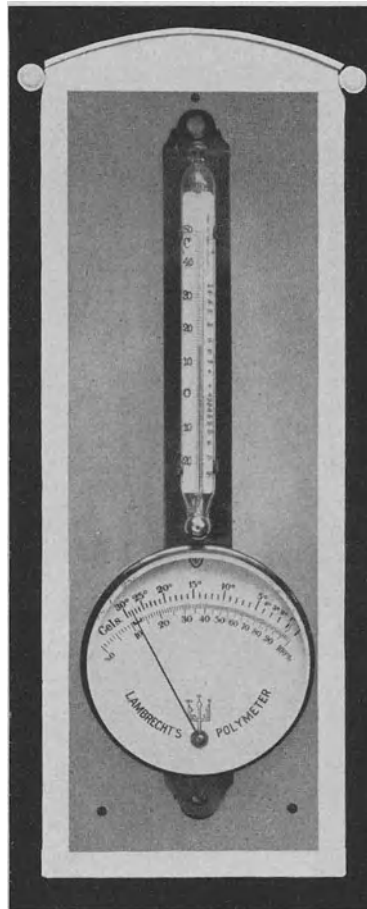


Abb. 78. Polymer (Lambrecht, Göttingen).

geschwindigkeit — etwa 2,4 m/s an den Thermometergefäßen — nicht durch eine Veränderung der Umlaufzahl des Ventilators herabgesetzt wird.

Die Berechnung der Dampfspannung erfolgt beim ASSMANNschen Psychrometer nach der SPRUNGSchen Formel:

$$e = E' - \frac{t - t'}{2} \cdot \frac{B}{755}$$

Die Apparatkonstante beträgt demnach bei diesem Psychrometer:  $A = \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{755} = 0,0006623$ .

<sup>1</sup> Siehe BONGARDS: Feuchtigkeitsmessung. München u. Berlin 1926, S. 162 ff.

Unter Benutzung der SPRUNGSchen Formel ist eine Anzahl ausführlicher Zahlentafeln<sup>1</sup> und graphischer Tafeln ausgearbeitet worden, die eine Berechnung der absoluten Dampfspannung und relativen Feuchtigkeit für einen weiten Temperaturbereich erübrigen.

β) *Haarhygrometer*. Bequemer in der Handhabung sind die *Haarhygrometer*, die eine unmittelbare Ablesung der relativen Luftfeuchtigkeit gestatten. Ihre Wirkungsweise beruht auf der Eigenschaft der Haare, bei zunehmender relativer Feuchtigkeit länger, bei abnehmender kürzer zu werden, wobei es sich als besonders vorteilhaft erweist, daß die Längenänderung und damit auch die Anzeige der Hygrometer von der Temperatur und vom Luftdruck praktisch unabhängig ist<sup>2</sup>.

Zwei verbreitete Instrumente sind das KOPPEsche Hygrometer (Abb. 77) und das LAMBRECHTSche Polymeter (Abb. 78).

KOPPE verwendet ein Haar, das am oberen Ende befestigt und am unteren um eine kleine Rolle geschlungen ist, deren Achse einen Zeiger trägt. Durch ein unten angehängtes Gewicht von 0,5 g wird das Haar gespannt. Verkürzt es sich, so dreht es den Zeiger nach links, wird es länger, so bewirkt das Gewicht eine Bewegung des Zeigers nach rechts. Bei vollkommener Sättigung der Luft mit Wasserdampf muß der Zeiger auf den Punkt 100 rücken und stehenbleiben.

Um den Feuchtigkeitsmesser auf die Richtigkeit seiner Angabe zu prüfen, wird das dem Apparat beigegebene, mit Baumwollstoff überzogene Rähmchen in Wasser getaucht und auf der Rückseite des Instrumentes in eine hierfür angebrachte Nute geschoben. Hierauf wird der Apparat vorn durch eine Glasscheibe, hinten durch den Schieber geschlossen. Der abgeschlossene Raum füllt sich in verhältnismäßig kurzer Zeit mit Feuchtigkeit, das Haar sättigt sich, und der Zeiger rückt auf 100 vor. Sollte dies infolge von Veränderungen des Instrumentes durch äußere Einflüsse nicht der Fall sein, so ist der Schlüssel durch das oben in der Glasscheibe befindliche Loch auf den Vierkant zu setzen und durch Drehen den Zeiger genau auf 100 einzustellen. Dabei ist es zweckmäßig, etwas auf das Kästchen zu klopfen, um die Reibung des Zeigers zu überwinden. Damit ist das Instrument eingestellt und zeigt, nachdem Schieber, Rähmchen und Glas entfernt sind, etwa 24 h später die relative Feuchtigkeit des Versuchsraumes richtig an. Unmittelbar nach der Prüfung darf es nicht benutzt werden, da dann die Feuchtigkeit der Luft zu gering angeben wird.

LAMBRECHT benutzt einen Strang von mehreren Haaren, der unten nicht über eine Rolle geführt, sondern an einem mit einem Gewicht versehenen Hebel befestigt ist. Dies ist ein Vorzug gegenüber dem vorgenannten Instrument, bei dem das Haar infolge der Rollenführung durch Umbiegen und Strecken stark beansprucht wird.

Bemerkt wird noch, daß man sich nicht mit der Prüfung der Hygrometer in absolut feuchter Luft begnügen soll; vielmehr empfiehlt sich eine in kurzen Zeitabständen (etwa wöchentlich) vorzunehmende Einstellung mit Hilfe des ASSMANNschen Psychrometers, namentlich bei Hygrometern, die dauernd in Luft von mittlerer oder geringer Feuchtigkeit aufgestellt sind, da sich unter diesen Bedingungen allmählich Abweichungen einstellen und zwar im Sinne einer zu hohen Feuchtigkeitsanzeige verbunden mit einer trägen Anpassung bei Änderungen der Feuchtigkeit. Wird jedoch dem Haar durch zeitweiliges Einbringen in



Abb. 79. Thermohygrograph (R. Fueß).

<sup>1</sup> Zum Beispiel die vom Reichsamt für Wetterdienst herausgegebenen Aspirations-Psychrometertafeln (Berlin 1935).

<sup>2</sup> Der thermische Ausdehnungskoeffizient des Haares beträgt je Grad bei Zimmertemperatur  $3,4 \cdot 10^{-5}$ ; demgegenüber beträgt die Längenänderung je 1% relativer Luftfeuchtigkeit im Durchschnitt den 100fachen Wert (nach BONGARDS).

eine wasserdampfgesättigte Atmosphäre regelmäßig Gelegenheit gegeben sich zu erholen, und erfolgt anschließend eine Eichung bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit mit Hilfe des Aspirationspsychrometers, so sind die Hygrometer jahrelang als zuverlässige Instrumente benutzbar.

Es ist zweckmäßig, das Hygrometer in der Nähe der Prüfapparate aufzustellen und das Probenmaterial neben dem Hygrometer zur Aufnahme der nötigen Feuchtigkeit auszulegen, da die Feuchtigkeit der Luft an verschiedenen Stellen des Versuchsraumes, namentlich in verschiedenen Höhenlagen von nicht automatisch klimatisierten Räumen, verschieden ist.

Für eine Dauerkontrolle kommen Feuchtigkeitsschreibgeräte in Betracht, die auch häufig für eine gleichzeitige Aufzeichnung der Temperatur eingerichtet sind. Als Beispiele für derartige Apparate werden die *Thermohygrographen* von R. FUESS (Abb. 79) und LAMBRECHT genannt.

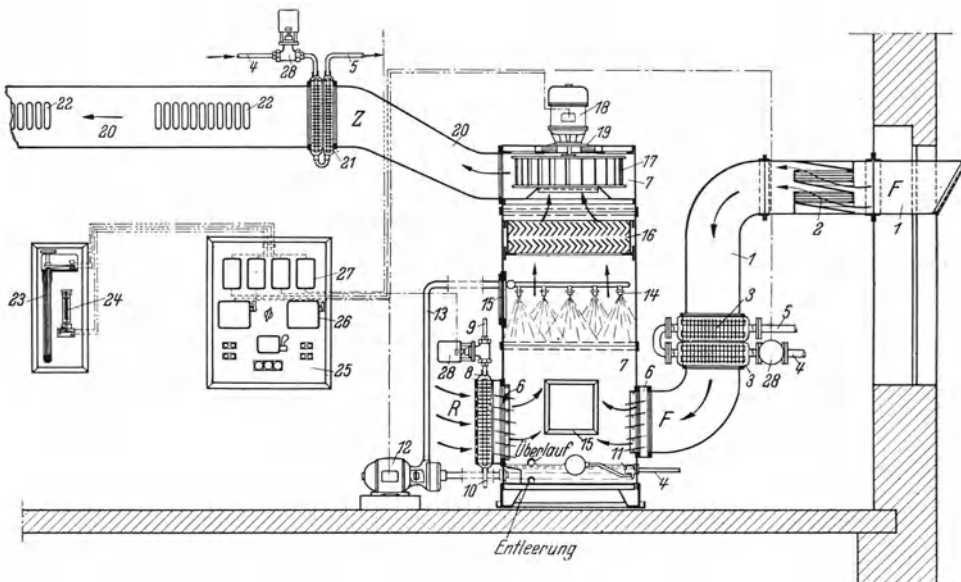


Abb. 80. Automatische Raumklimaanlage System „Universelle“ (schematisch). 1 Frischluftleitung; 2 Luftfilter; 3 Lufttrockner; 4 Kaltwasserleitung; 5 Wasserablauf; 6 einstellbare Jalousieklappe; 7 Klima-Einzelapparat; 8 Lufterhitzer; 9 Dampfleitung; 10 Kondensleitung; 11 Schwimmkugelhahn; 12 Umwälzpumpe mit Motor; 13 Dusenwasserleitung; 14 Luft-Befeuchtungsdüsen; 15 Beobachtungsturm; 16 Tropfenfänger; 17 Ventilator-Flügelrad; 18 Antriebsmotor; 19 Schalldämpfer; 20 Luft-Ausblaseleitung; 21 Luftkühler; 22 verstellbare Luft-Austrittsöffnungen; 23 Temperaturfühler (Thermostat); 24 Feuchtigkeitsfühler (Hygrostat); 25 Schalttafel mit Sicherungen und Hauptschalter; 26 Motorschalter; 27 Relais der elektrischen Regelanlage; 28 elektrisch gesteuertes Ventil; F Frischluft von außen; R Rückluft aus dem Raum; Z behandelte Raum-Zuluft.

### c) Die Regelung der Luftfeuchtigkeit und der Temperatur.

Eine behelfsmäßige Klimatisierung des Prüfraumes kann mit Zerstäuberdüsen erfolgen, die in geeigneter Weise so anzubringen sind, daß eine gleichmäßige Befeuchtung des Raumes gewährleistet ist. Bei zu hoher Feuchtigkeit ist zwar durch Temperaturerhöhung die Möglichkeit gegeben, die Luft zu trocknen; hierbei ist jedoch wegen der Temperaturabhängigkeit der physikalischen und mechanischen Eigenschaften von Papier Vorsicht geboten, so daß der Regelbarkeit namentlich an schwülen Sommertagen enge Grenzen gesetzt sind.

Vollkommener ist die Klimatisierung mit Hilfe halb- oder vollautomatischer *Klimaanlagen*, die von einer Anzahl Firmen in allen Größen und für alle besonderen Bedürfnisse geliefert werden.

Für kleine Prüfräume, insbesondere wenn sie gut isoliert sind, kommen *Schranksapparate* in Betracht, die halb- oder vollautomatisch betrieben werden. Die Raumluft wird durch einen Ventilator in den Schrank gesaugt und — gegebenen-

falls nach Zusatz von Frischluft — je nach Bedarf getrocknet, erwärmt, ge- feuchtet und nachgekühlt. Die Trocknung geschieht hierbei durch Kühlung unter den Taupunkt, wodurch eine Abscheidung eines Teils der Luftfeuchtigkeit bewirkt wird. Für die Kühlung ist Tiefbrunnenwasser oder eine maschinelle Kälteanlage erforderlich. Bei den vollautomatischen Apparaten werden die



Abb. 81. Hygrostat nach Dr. SCHREIBER.  
(Louis Schopper, Leipzig.)



Abb. 82. SCHOPPERS Feuchteschrank „H.S.V.“.

Ventile für die Zufuhr des Heizdampfes, des Kühlwassers (bzw. der Kühlsole) und des Spritzwassers für die Luftfeuchtung selbsttätig geöffnet und geschlossen; die Steuerung der Regelvorgänge erfolgt durch einstellbare Feuchtigkeits- und Temperaturfühler, die im Prüfraum aufgestellt sind.

Größere Prüfräume erfordern umfangreiche Anlagen, deren Wirkungsweise jedoch die gleiche wie die der Schrankapparate ist. Sie sind meist in liegender Bauart ausgeführt und außerhalb des Prüfraumes untergebracht<sup>1</sup>. Die schematische Abb. 80 veranschaulicht den Aufbau und die Wirkungsweise einer derartigen Anlage.

Bei nicht durchlaufendem Betrieb der Raumklimaanlage sind für die Anpassung des Probenmaterials an die Normalfeuchtigkeit und Normaltemperatur während der Stillstandszeiten sog. Klimaschränke erforderlich. Unter anderem werden hierzu doppelwandige, luftdicht schließende Glaskästen verwendet, in denen die Luftfeuchtigkeit mit Salzlösungen bestimmter Wasserdampf- tension geregelt und eine Durchmischung der Luft mit Hilfe von Ventilatoren erreicht wird. Ferner enthalten die Schränke auch Kühl- und Heizeinrichtungen, die durch Kontaktthermometer automatisch reguliert werden.

Für die Einstellung der Normalfeuchtigkeit von 65% hat sich eine Lösung von 50 g Chlorkalzium in 100 g Wasser sowie angefeuchtetes Ammoniumnitrat bewährt<sup>2</sup>.

Dem gleichen Zweck dienen der von Dr. SCHREIBER angegebene „Hygrostat“ (Abb. 81) sowie der Feuchteschrank „H.S.V.“<sup>3</sup> (Abb. 82). Bei dem „Hygrostat“ wird die Erhöhung

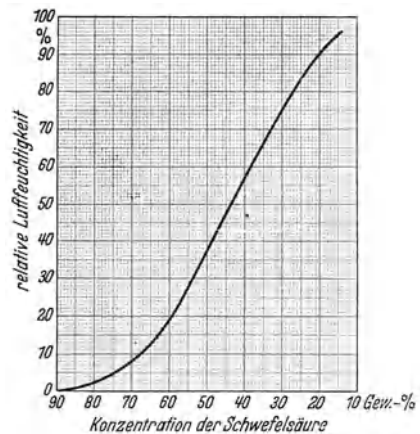


Abb. 83. Relative Luftfeuchtigkeit über Schwefelsäure-Wassergemischen für den Temperaturbereich 5 bis 35°.  
(Nach REGNAULT.)

<sup>1</sup> Nähere Angaben unter Aufzählung von Lieferfirmen finden sich bei A. KUFFERATH: „Klima-Anlagen für Industrie und Gewerbe.“ Berlin 1940.

<sup>2</sup> Vgl. OBERMILLER: Die technisch durchführbare Einstellung eines beliebigen Luftfeuchtigkeitsgehaltes. Z. angew. Chem. 37 (1924) Nr. 46, S. 904.

<sup>3</sup> Beide Apparate sind zu beziehen durch die Firma Louis Schopper, Leipzig.



der Luftfeuchtigkeit durch einen angefeuchteten Filz, die Herabsetzung durch trocknes Chlorkalzium bewirkt. Filz und Chlorkalzium liegen in durch Schieber nach Bedarf abdeckbaren Kästen. Der „Feuchteschrank H.S.V.“ ist mit einem Ventilator für ständige Luftumwälzung versehen. Sofern der Feuchtigkeitsgehalt der Luft unter dem Sollwert liegt, betätigt ein in dem Luftstrom liegender Regler einen Steuerschieber, der in die Rohrleitung eingebaut ist. Dadurch wird bewirkt, daß die Luft ihren Weg durch ein mit Wasser gefülltes Gefäß nimmt, wobei sie sich mit Feuchtigkeit anreichert. Sobald die relative Luftfeuchtigkeit auf den Sollwert gestiegen ist, wird der Schieber umgeschaltet, und die Luft bewegt sich nur im Kreislauf.

Zahlentafel 9.

	Salze und Trocknungsmittel (nach OBERMILLER)	Relative Luftfeuchtigkeit (%) bei 20°
1	Kaliumsulfat ( $K_2SO_4$ ) . . . . .	97
2	Natriumkarbonat ( $Na_2CO_3 + 10H_2O$ ) . . . . .	92
3	Kaliumchlorid (KCl) . . . . .	86
4	Ammoniumsulfat ( $(NH_4)_2SO_4$ ) . . . . .	80
5	Natriumchlorid (NaCl) . . . . .	75
6	Ammoniumnitrat ( $NH_4NO_3$ ) . . . . .	65 <sup>2</sup>
7	Kalziumnitrat ( $Ca(NO_3)_2 + 4H_2O$ ) . . . . .	55
8	Kaliumkarbonat ( $K_2CO_3 + 2H_2O$ ) . . . . .	45
9	Kalziumchlorid ( $CaCl_2 + 6H_2O$ ) . . . . .	35
10	Kaliumhydroxyd (KOH) geschmolzen . . . . .	7
11	Natriumhydroxyd (NaOH) geschmolzen . . . . .	3
12	Kalziumchlorid ( $CaCl_2$ ) entwässert . . . . .	2,5
13	Magnesiumchlorid ( $MgCl_2$ ) entwässert . . . . .	0,5
14	Phosphorpentoxyd ( $P_2O_5$ ) . . . . .	0

Die Salze 1 bis 9 sind in konzentriert wäßriger Lösung mit reichlichem Bodenkörper, die Mittel 10 bis 14 in trockenem Zustand anzuwenden.

tisch von der Temperatur unabhängig ist. Demgegenüber ist bei den Salzlösungen erheblich größer, so daß bei Versuchen, die mit einer Variation der Temperatur verbunden sind, die Anwendung von verdünnter Schwefelsäure vorteilhafter ist.

keit auf den Sollwert gestiegen ist, wird der Schieber umgeschaltet, und die Luft bewegt sich nur im Kreislauf.

Diese Klimaschränke eignen sich auch für die Herstellung bestimmter, von der Normalfeuchtigkeit abweichender Feuchtigkeiten, falls Sonderversuche dies erfordern. In diesem Falle wird die gewünschte Luftfeuchtigkeit mit Schwefelsäure bestimmten Wassergehaltes (Abb. 83) oder mit Salzlösungen bzw. Trocknungsmitteln nach OBERMILLER<sup>1</sup> eingestellt (vgl. Zahlentafel 9).

Hierzu wird bemerkt, daß die Wasserdampfspannung über Schwefelsäure in dem hier in Betracht kommenden Konzentrationsbereich (15 bis 90 Gew.-%) innerhalb der Temperaturgrenzen 5 bis 35° praktisch von der Temperatur unabhängig ist.

## II. Einfluß der Probenabmessungen.

Wie auf S. 101 einleitend erwähnt wurde, sind die Ergebnisse der Festigkeitsprüfung wegen der Ungleichmäßigkeit des Papiergefüges in größerem oder

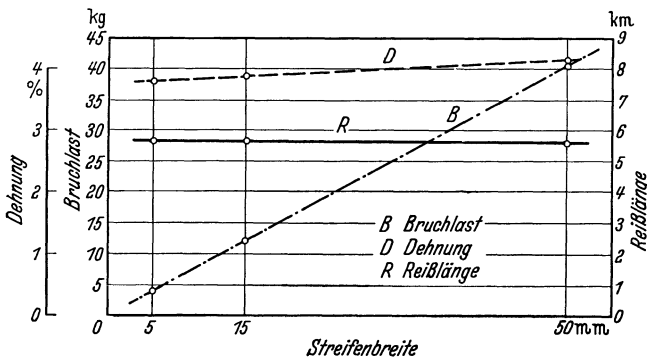


Abb. 84. Einfluß der Streifenbreite auf die Zugfestigkeit von Papier.

geringerem Maße von den Abmessungen der Proben abhängig.

Beim Zugversuch übt die Breite des Probestreifens, wie MARTENS<sup>3</sup> nachgewiesen hat, keinen nennenswerten Einfluß auf Reißlänge und Bruchdehnung aus.

In Abb. 84 sind die Prüfwerte eines Packpapiers mit stark wolkiger Durchsicht graphisch wiedergegeben. Trotz der großen Ungleichmäßigkeit dieses

Papiers bleibt die Reißlänge zwischen Streifenbreiten von 5 und 50 mm praktisch gleich; die Zunahme der Dehnung mit der Breite des Versuchsstreifens ist nur sehr gering.

<sup>1</sup> OBERMILLER: Siehe S. 117, Fußnote 2.

<sup>2</sup> Nach neueren Untersuchungen: 66%.

<sup>3</sup> MARTENS: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1885, S. 3, 47, 103.

Größeren Einfluß hat die Länge der Probestreifen (Abb. 85). Die Bruchlastkurve zeigt zwischen Streifenlängen von 5 bis 50 mm einen steilen Abfall, um sich dann allmählich der Horizontalen zu nähern; in ähnlicher Weise verläuft die Kurve der Bruchdehnung. Die Dehnungsprozente sind nahezu konstant bei Streifenlängen von 180 mm an aufwärts; mit abnehmender Länge aber wächst die Dehnung erheblich.

Dies liegt in folgendem begründet: Die Dehnung des Streifens beim Versuch setzt sich zusammen aus der annähernd gleichmäßigen Verlängerung, die er in seiner ganzen Ausdehnung erfährt, und aus der besonderen Streckung der Bruchstelle im Augenblick des Zerreißen des Streifens. Diese lokale Dehnung ist bei kurzen und langen Streifen nahezu gleich groß; bei der Berechnung der Gesamtdehnung in Prozenten bewirkt sie aber bei kurzen Streifen naturgemäß höhere Werte als bei langen<sup>1</sup>.

### III. Zeitabhängigkeit.

Infolge des plastischen Verhaltens des Papiergefüges ergibt sich bei allen Verformungsvorgängen eine Abhängigkeit der Versuchsergebnisse von der Verformungsdauer in dem Sinne, daß bei langsamer Versuchsausführung niedrigere Werte erhalten werden als bei schneller. Dies ist auf den Umstand zurückzuführen, daß bei kurzzeitiger Beanspruchung das Gleiten der Fasern gegenüber dem Zerreißen der Einzelfasern in den Hintergrund tritt (der Kraftaufwand für Trennungsvorgänge

<sup>1</sup> Der Einfluß der Probenabmessungen, der Versuchsdauer und der Anzahl der Einzelversuche auf das Ergebnis anderer Prüfarten ist in den Abschnitten beschrieben, in denen diese Prüfungen gesondert behandelt werden.

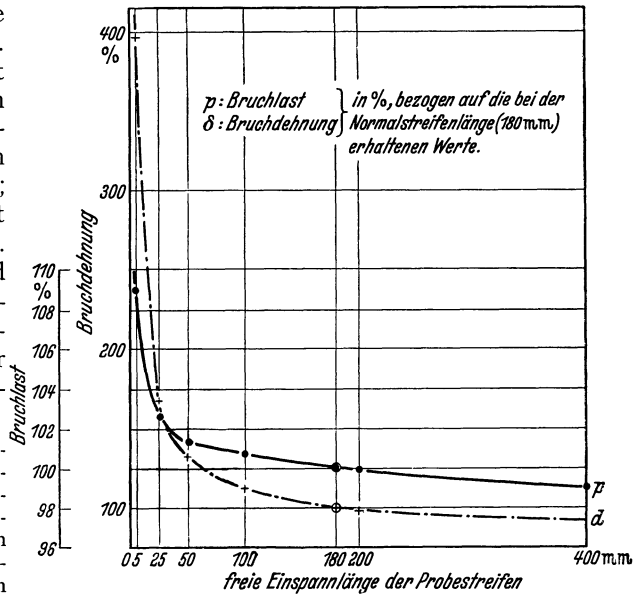


Abb. 85. Einfluß der Streifenlänge auf die Zugfestigkeit von Papier.

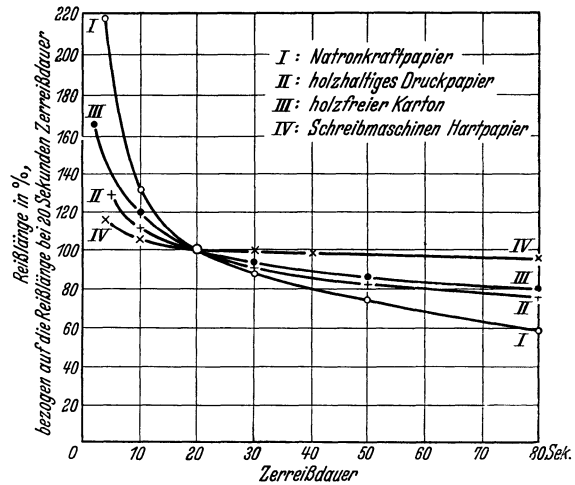


Abb. 86. Einfluß der Zerreißdauer auf die Zugfestigkeit von Papier.

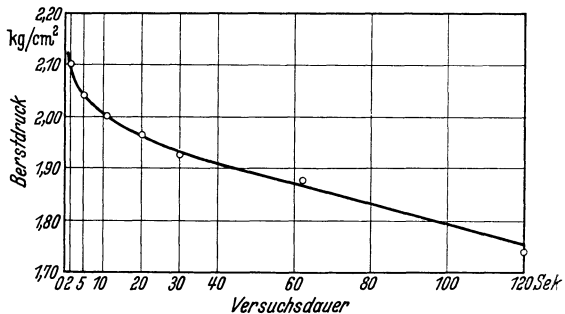


Abb. 87. Einfluß der Versuchsdauer auf den Berstwiderstand.

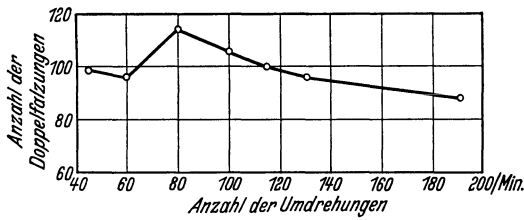


Abb. 88. Einfluß der Versuchsgeschwindigkeit auf den Falz widerstand.

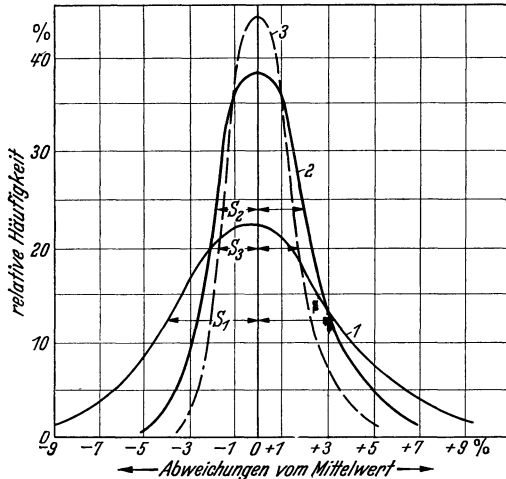


Abb. 89. Häufigkeitskurven für Einzel- und Mittelwerte der Bruchlast beim Zugversuch. 1 Abweichungen der Einzelwerte vom arithmetischen Mittel (Hauptmittel); 2 und 3 Abweichungen der arithmetischen Mittel von je 5 und 10 Einzelwerten vom Hauptmittel;  
Streuung S für:  $S_1 = -4\%$  bis  $+3,3\%$ ;  $S_2 = \pm 2\%$ ;  $S_3 = \pm 1,7\%$ .

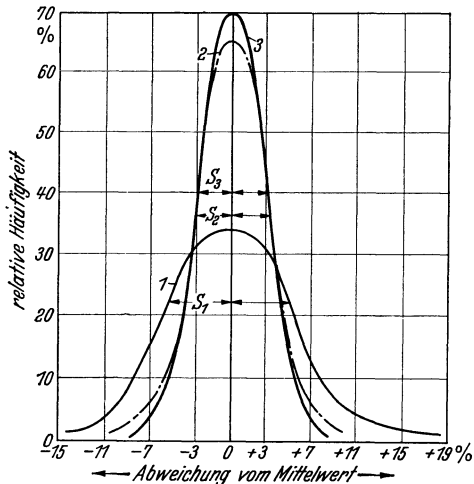


Abb. 90. Häufigkeitskurven für Einzel- und Mittelwerte beim Berstdruckversuch. 1 Abweichungen der Einzelwerte vom arithmetischen Mittel (Hauptmittel); 2 und 3 Abweichungen der arithmetischen Mittel von je 10 und 20 Einzelwerten vom Hauptmittel [ $n$  = Umfang des Kollektivs];  
Streuung S für:  $S_1 = \pm 5\%$ ;  $S_2 = \pm 3\%$ ;  $S_3 = \pm 2,8\%$ .

der letzteren Art ist aber ein höherer). Aus demselben Grunde nimmt die Dehnung mit der Versuchsdauer zu.

In Abb. 86 ist die Reißlänge von 4 Papieren über der Zerreißdauer aufgetragen. Die Kurven zeigen insofern gleiche Tendenz, als sie mit einem mehr oder minder steilen Abfall bei Zunahme der Zerreißdauer beginnen, um sich dann asymptotisch der Horizontalen zu nähern. Die Reißlänge sinkt also mit zunehmender Versuchsdauer; bei manchen Papieren, wie z. B. bei dem Papier I (Natronkraftpapier), in erheblichem Maße. — Der Berstdruck (Abb. 87) sinkt ebenfalls mit Zunahme der Versuchsdauer.

Abb. 88 zeigt den Einfluß der Versuchsgeschwindigkeit beim Falzversuch. Die Abnahme der Doppelfaltungen von 80 Umdrehungen in der Minute an ist vermutlich auf die Erwärmung der Proben an der beanspruchten Stelle und der dadurch verursachten Änderung des Feuchtigkeitsgehaltes während des Versuches zurückzuführen<sup>1</sup>.

#### IV. Einfluß der Anzahl der Einzelversuche auf das Ergebnis.

Die Streuung der Einzelwerte und der daraus gebildeten Mittelwerte ist abhängig

von der Art der Beanspruchung und vom Gleichmäßigkeitsgrad der Papiere.

1. Die Streuung ist bei Beanspruchungen auf Biegung oder Knickung höher als bei solchen, die im wesentlichen auf Zug beruhen. Sie ist z. B. beim Falz- und Dauerbiegeversuch um ein mehrfaches größer als beim Zug-

<sup>1</sup> Der Einfluß der Probenabmessungen, der Versuchsdauer und der Anzahl der Einzelversuche auf das Ergebnis anderer Prüfarten ist in den Abschnitten beschrieben, in denen diese Prüfungen gesondert behandelt werden.

und Berstversuch. Hinzu kommt, daß die Streuung um so größer ausfällt, je kleiner die Probe bzw. der Teil der Probe ist, der bei der Prüfung erfaßt wird. Auch aus diesem Grunde ist sie bei der Bestimmung der Falz- und Dauerbiegezahl größer als beim Zug- und Berstversuch.

2. Je gleichmäßiger das Papier beschaffen ist, um so geringer ist naturgemäß die Streuung, doch tritt der Einfluß des Gleichmäßigkeitsgrades hinter dem der Art der Beanspruchung zurück.

Als Beispiel für den Einfluß der Beanspruchungsart seien die Ergebnisse mitgeteilt, die von BURGSTALLER im Amt bei der Untersuchung eines Zeichenpapiers von sehr gleichmäßigem Gefüge erhalten wurden. Die unterschiedliche Streuung beim Zug-, Berst- und Falzversuch<sup>1</sup> ist aus den Häufigkeitskurven für die Verteilung der Abweichungen der Einzelwerte, sowie der arithmetischen Mittel aus je 5, 10 und 20 Einzelwerten vom Hauptmittel (Abb. 89, 90 und 91) zu ersehen. Hauptmittel ist das arithmetische Mittel aus sämtlichen Einzelwerten. Als Maß für die Streuung gilt der Wert  $s$ , der angibt, innerhalb welcher Grenzen 68% der Werte vom Hauptmittel abweichen. Die Werte für  $s$  sind in Zahlentafel 10 zusammengefaßt. Es ist ersichtlich, daß beim Zugversuch das Mittel von 5 Einzelwerten mit  $s = \pm 2\%$  bereits eine befriedigende Genauigkeit brachte. Beim Berstversuch hingegen wurde erst bei 10 Einzelversuchen ein  $s$ -Wert von  $\pm 3\%$  erreicht. Die Streuung beim Berstversuch war also größer als beim Zugversuch. Noch ungünstiger lagen die Verhältnisse beim Falzversuch, bei dem für 10 Einzelversuche  $s = \pm 13\%$  beträgt. In beiden Fällen war auch durch eine Verdoppelung der Zahl der Einzelversuche noch keine wesentliche Verbesserung der Genauigkeit der Mittelwerte erreicht worden. — Bei Papieren mit wolgiger Durchsicht können die Meßwerte noch sehr viel mehr streuen.

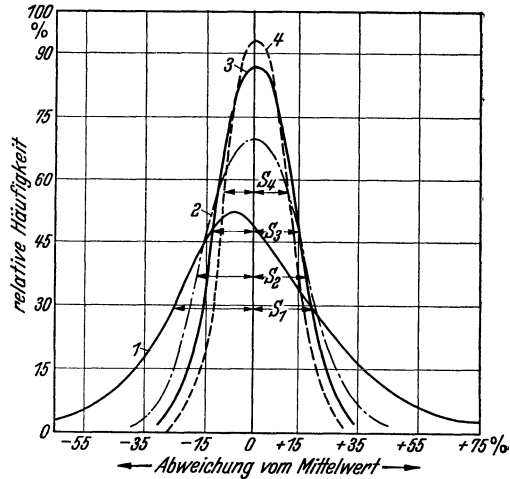


Abb. 91. Häufigkeitskurven für Einzel- und Mittelwerte beim Falzversuch. 1 Abweichungen der Einzelwerte vom arithmetischen Mittel (Hauptmittel); 2, 3 und 4 Abweichungen der arithmetischen Mittel von je 5, 10 und 20 Einzelwerten vom Hauptmittel; Streuung für  $S$ :  $S_1 = \pm 25\%$  bis  $\pm 20\%$ ;  $S_2 = \pm 18\%$ ;  $S_3 = \pm 13\%$ ;  $S_4 = \pm 10\%$ .

Zahlentafel 10. Streuung der Mittelwerte.

Prüfverfahren	Streuung $s$ für die Mittel aus		
	5	10	20
Einzelwerten in %			
Zugversuch . . .	$\pm 2$	$\pm 1,7$	—
Berstversuch . . .	—	$\pm 3$	$\pm 2,8$
Falzversuch . . .	$\pm 18$	$\pm 13$	$\pm 10$

## B. Mechanische Prüfungen.

### I. Probenentnahme und Vorbereitung der Proben für die Prüfung.

Die Ergebnisse der mechanischen und physikalischen Prüfungen sind um so zutreffender und brauchbarer, je vollkommener die untersuchten Proben ein „Durchschnittsmuster“ der zu prüfenden Anfertigung oder Lieferung darstellen. Bei der Probenentnahme sind daher alle Teile des Postens möglichst gleichmäßig zu berücksichtigen. Da ferner die Sicherheit des Ergebnisses mit der Anzahl der geprüften Proben wächst, sollte diese möglichst groß sein, und zwar um so größer, je umfangreicher die Lieferung und je größer die Streuung der Meßwerte ist, d. h. die Anzahl der Proben müßte sich auch nach der Ungleichmäßig-

<sup>1</sup> Der Einfluß der Anzahl der Einzelversuche auf das Ergebnis anderer Prüfarten ist in den Abschnitten beschrieben, in denen diese Prüfungen gesondert behandelt werden.

keit des Materials und nach der Empfindlichkeit richten, mit der die einzelnen Prüfungsarten auf die Ungleichmäßigkeit ansprechen. Einer weitgehenden Verwirklichung dieser Forderungen sind jedoch aus wirtschaftlichen Gründen Grenzen gesetzt. Immerhin sollten im allgemeinen nicht weniger als 10 aus verschiedenen Stellen der Lieferung entnommene Proben der Prüfung zugrunde gelegt werden, um zu einem praktisch ausreichenden Durchschnitt zu kommen.

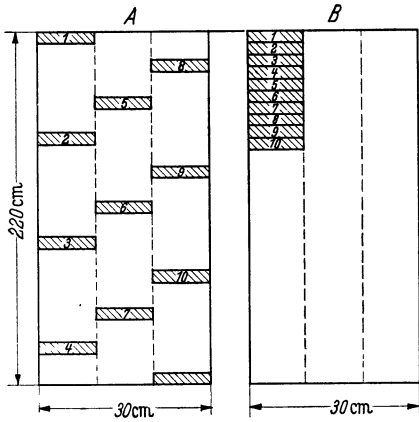


Abb. 92. Einfluß der Ungleichmäßigkeit. Schematische Darstellung der Streifenentnahme.

Bei der Entnahme der Probestreifen aus den Bogen, die aus der Anfertigung oder Lieferung gezogen werden, ist der Ungleichmäßigkeit des Materials dadurch Rechnung zu tragen, daß die Streifen wiederum an verschiedenen Stellen des Bogens entnommen werden und nur dann unmittelbar nebeneinander, wenn nur wenig Material zur Verfügung steht.

In welchem Ausmaß die Art der Streifenentnahme das Ergebnis beeinflußt, sei an dem folgenden Beispiel gezeigt. Ein Papierabschnitt in der Größe von  $225 \times 30$  cm wurde in 450 Streifen von  $10 \times 1,5$  cm aufgeteilt. Die einzelnen Streifen wurden auf Dauerbiegewiderstand geprüft. Aus den so erhaltenen 450 Einzelwerten wurden zwei Mittelwertreihen bestehend aus je 45 Mittelwerten von je 10 Einzelversuchen gebildet, und zwar für den Fall der vollkommen gleichmäßigen Verteilung der Entnahmestellen über die ganze Papierfläche (A), sowie für den ungünstigsten Fall der ausschließlichen Entnahme von nebeneinanderliegenden Streifen (B) (vgl. die schematische Darstellung in Abb. 92).

Die Häufigkeitsverteilung der Abweichungen der Zehnermittel vom Gesamtmittel der 450 Einzelwerte (Abb. 93) läßt ohne weiteres den Vorteil des Verfahrens A erkennen. Das Häufigkeitsmaximum fällt hier mit der Abweichung Null zusammen, die Wahrscheinlichkeit für dieses günstigste Ergebnis ist 27%; für eine Abweichung innerhalb der Grenzen  $\pm 5\%$  beträgt die Wahrscheinlichkeit 58%. Demgegenüber weist die Mittelwertreihe B ein Häufigkeitsmaximum für die Abweichung  $-10\%$  und außerdem zwei Nebenmaxima im Gebiet höherer positiver Abweichungen auf. Die Wahrscheinlichkeit für die Abweichung Null beträgt 9% (d. i. nur ein Drittel des Wertes bei der Reihe A), die für eine Abweichung  $\pm 5\%$  etwa 31%. — Bei der untersuchten Probe

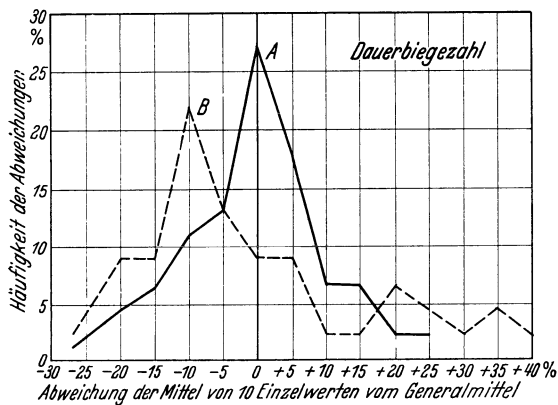


Abb. 93. Häufigkeitsverteilung der Abweichungen der Mittelwerte von 10 Einzelwerten vom Gesamtmittel bei verschiedenartiger Streifenentnahme. A Streifen möglichst verteilt entnommen; B je 10 nebeneinanderliegende Streifen entnommen (Anzahl der Einzelversuche: 450). [BURGSTALLER.]

handelte es sich um ein Papier von mittlerer Gleichmäßigkeit; bei ungleichmäßigeren Papieren macht sich die Art der Streifenentnahme noch wesentlich stärker bemerkbar<sup>1</sup>.

Zu achten ist bei der Streifenentnahme auf etwa vorhandene Wasserzeichen; diese können die Festigkeitseigenschaften beeinflussen und sollen daher in den Probestreifen nicht vorhanden sein. Eine Ausnahme besteht bei der Prüfung von Wertpapieren mit durchgehendem Wasserzeichen nach den Richtlinien der Zulassungsstelle an der Börse zu Berlin vom 13. April 1927. Diese Stelle verlangt, daß die Wertpapiere mit Einschluß des Wasserzeichens geprüft werden.

<sup>1</sup> Nach bisher unveröffentlichten Versuchen von F. BURGSTALLER.

Auf das *Schneiden der Streifen* ist Sorgfalt zu verwenden, da die geringste Beschädigung, namentlich an den Rändern, den Versuch ungünstig beeinflussen kann. Abb. 94 zeigt eine für diesen Zweck gebräuchliche Schere<sup>1</sup>. Nach dem Schneiden der Streifen überzeugt man sich, ob ihre Ränder glatt sind und parallel verlaufen.

Anschließend erfolgt das *Auslegen der Streifen zur Anpassung an das Normklima von 65% relativer Luftfeuchtigkeit und 20°* (vgl. S. 112). Damit die umgebende Luft möglichst ungehindert Zutritt hat, bedient man sich zweckmäßiger-

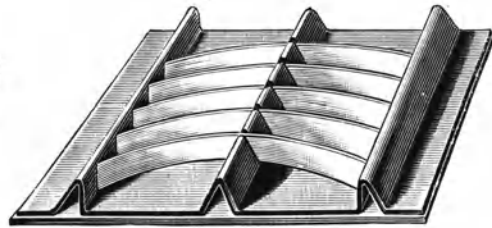


Abb. 94. Vorrichtung zum Schneiden der Streifen.

Abb. 95. Vorrichtung zum Auslegen der Versuchstreifen.

weise besonderer Rahmen, in denen die Prüfstreifen hochkant stehen und außerdem durch eine geringe Anspannung gegen Fortwehen durch Zugluft geschützt sind (Abb. 95).

### Bestimmung der Längs- und Querrichtung.

Bei allen Festigkeitsprüfungen müssen Probestreifen aus Längs- und Querrichtung aus den auf S. 102 genannten Gründen gesondert geprüft werden.

Da Maschinenpapiere im allgemeinen parallel und senkrecht zum Maschinenlauf geschnitten werden, so entnimmt man die Probestreifen zunächst parallel zu einer beliebigen Kante des Bogens und darauf parallel zu der hierauf senkrechtstehenden. Welches dann die Längsrichtung und welches die Querrichtung ist, ergibt sich aus den ermittelten Werten dadurch, daß Papier fast ausschließlich in der Längsrichtung die höheren Bruchlast-, in der Querrichtung die höheren Dehnungswerte aufweist.

Für handgeschöpfte Papiere gilt das gleiche.

Hat man Veranlassung, die Längsrichtung vorher zu bestimmen, entweder weil man nur diese prüfen will, oder weil die beiden Richtungen nicht mit Sicherheit zu erkennen sind, so verfährt man in folgender Weise<sup>2</sup>:

Man schneidet aus dem Papier ein kreisförmiges Stück von ungefähr 10 cm Dmr. und läßt es wenige Sekunden auf Wasser schwimmen; nimmt man es dann heraus und legt es vorsichtig auf die flache Hand, wobei man verhindert, daß es sich fest an die Handfläche schmiegt, so krümmen sich die Ränder nach oben (Abb. 96), und zwar schließlich so stark, daß sie übereinandergreifen.

Der nicht gekrümmte Durchmesser *ab* liegt in der Längsrichtung; die Richtung senkrecht dazu ist die Querrichtung.

<sup>1</sup> Geliefert von der Firma Louis Schopper, Leipzig.

<sup>2</sup> Zuweilen kann man schon ohne besondere Prüfung die Längsrichtung erkennen. Betrachtet man das Papier im schräg auffallenden Licht, so sieht man oft schon ohne weiteres die bevorzugte Lagerung der Fasern in der Längsrichtung. Bei Papieren mit deutlicher Siebmarkierung geben die rhombischen Siebeindrücke einen Anhalt; die spitzen Winkel zeigen die Laufrichtung, die stumpfen die Querrichtung an.

Diese Erscheinung erklärt sich aus folgendem:

Die untere Seite des Papiers saugt, während sie mit dem Wasser in Berührung ist, Feuchtigkeit auf, die Fasern quellen; nun legen sich diese, wie schon erwähnt, auf dem Siebe vorzugsweise parallel zur Richtung des Maschinenlaufes, und da die einzelne Faser quer zu ihrer Längsachse die größte Quellungsfähigkeit besitzt, wird das Bestreben der nassen Faserschicht, sich auszudehnen, quer zur Längsrichtung mehr zum Ausdruck kommen als in der Längsrichtung.

Ungeleimte Papiere kann man auf diese Weise nicht prüfen, da sie vom Wasser sofort durchdrungen werden. In solchen Fällen muß man zu dem nachstehend geschilderten Verfahren greifen, das sich natürlich auch bei geleimten Papieren anwenden läßt.

Man legt nach NICKEL zwei Papierstreifen von gleichen Abmessungen aus den beiden Hauptrichtungen so aufeinander, daß sie sich decken. Faßt man sie dann an dem einen Ende mit Daumen und Zeigefinger und läßt das andere Ende frei herunterhängen, so werden die Streifen entweder aufeinanderliegen oder auseinanderklaffen. Im ersten Fall ist der untere, im zweiten der obere Streifen aus der Längsrichtung.

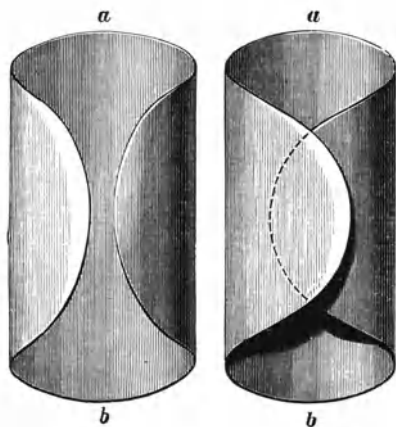


Abb. 96a und b. Bestimmung der Längsrichtung.

Die Erklärung dieses Verhaltens ist auch hier durch die Lagerung der Fasern gegeben. Beim Längsstreifen liegen erheblich mehr Fasern der Länge nach in der Streifenrichtung als beim Querstreifen; die Folge davon ist, daß sich ersterer beim Überhängen weniger durchbiegt als letzterer.

Ein weiteres, ebenfalls sehr einfaches Verfahren zur Bestimmung der Längsrichtung rührt von RÊSZ her<sup>1</sup>; es hat überdies den Vorteil, daß das zu prüfende Material nicht durch Herausschneiden von Probestücken beschädigt wird. Man taucht eine beliebige Seite des Bogens kurze Zeit (bei dicken und stark geleimten Papieren etwas länger als bei dünnen und weniger geleimten) so in Wasser, daß die untere Kante etwa 1 cm unter dem Wasserspiegel ist; bleibt der nasse Streifen nach dem Herausnehmen des Papiers glatt, so liegt er in der Längsrichtung, wird er wellig, in der Querrichtung. Das verschiedene Verhalten der beiden Richtungen ist auch hier auf die verschiedene Lagerung der Fasern und die verschiedene Quellbarkeit in beiden Richtungen (Querrichtung quellfähiger als Längsrichtung) zurückzuführen.

### Bestimmung der Sieb- und Oberseite.

Die Unterscheidung der Sieb- und Oberseite von Papier ist nicht in allen Fällen möglich. Bei maschinenglatten Papieren ist oft die vom Sieb herrührende Markierung so deutlich zu erkennen, daß sie als Merkmal für die Siebseite dienen kann. Beim Satinieren der Papiere hingegen wird die Siebmarkierung mehr oder minder zum Verschwinden gebracht. In solchen Fällen soll man nach amerikanischem Vorschlag<sup>2</sup> oft noch zum Ziele kommen, wenn man die Proben einen Augenblick in Wasser taucht und das überschüssige Wasser abtropfen läßt oder abtrocknet. Vielfach soll hierbei infolge Quellung die Siebmarkierung wieder sichtbar werden. KRAIS<sup>3</sup> geht folgendermaßen vor: Zwei gleich große Stücke des zu prüfenden Papiers werden in eine etwa 50° warme Netzmittellösung (z. B. 5 g/l Nekal BX der I.G.Farbenindustrie AG.) so eingetaucht, daß je eine Seite nach oben liegt. Beobachtet man die Oberflächen nach etwa 10 bis 30 s mit einer Lupe, so wird auf der Siebseite der Abdruck der Siebstruktur deutlich, während die Oberseite glatt bleibt.

<sup>1</sup> RÊSZ: Zbl. Pap.-Ind. 1909, S. 213.

<sup>2</sup> P.T.M. 1928, S. 45.

<sup>3</sup> KRAIS: Wbl. Papierfabr. 62 (1931), S. 573.

Den Umstand, daß die meisten Papiere auf der Siebseite weniger Füllstoffe enthalten als auf der Oberseite<sup>1</sup>, benutzten RIESENFELD und HAMBURGER<sup>2</sup>, um mit Hilfe der Analysen-Quarzlampe die beiden Seiten zu unterscheiden. Nach ihren Untersuchungen fluoresziert die füllstoffärmere Siebseite unter der Lampe stärker als die Oberseite. Da jedoch auch Fälle beobachtet wurden, bei denen die Unterseite mehr Füllstoff enthielt als die Oberseite, so ist auch diese Unterscheidung nicht immer zuverlässig. Voraussetzung für diese Methode ist ferner, daß die zu prüfende Probe nicht einseitig dem Tages- oder Sonnenlicht ausgesetzt gewesen ist, da hierdurch Abschwächung der Fluoreszenz hervorgerufen wird<sup>3</sup>.

## II. Quadratmetergewicht – Dicke – Raumgewicht.

Die Bestimmung des Quadratmetergewichtes, der Dicke und des Raumgewichtes sind durch DIN DVM 3411 genormt.

Die Proben sind vor der Prüfung so lange bei  $65 \pm 2\%$  relativer Luftfeuchtigkeit und Zimmertemperatur (nicht über  $25^\circ$ ) auszulegen, bis praktisch Gleichgewichtszustand zwischen dem Feuchtigkeitsgehalt der Luft und dem der Proben eingetreten ist. Dazu sind bei Papier *mindestens* 12 h, bei dichten Pappen, z. B. Preßspan, *mindestens* 24 h erforderlich. Die Proben sind so zu lagern, daß die Luft von allen Seiten freien Zutritt hat; sie werden unter den gleichen klimatischen Bedingungen geprüft.

### 1. Quadratmetergewicht.

Zur Bestimmung des Quadratmetergewichtes sind Gewicht und Fläche der zur Verfügung stehenden Proben zusammen zu ermitteln<sup>4</sup>. Die Berechnung erfolgt dann nach der Formel:

$$G_q = \frac{\text{Gewicht}}{\text{Fläche}} \left[ \frac{\text{g}}{\text{m}^2} \right].$$

Das Ergebnis ist auf ganze Gramm abzurunden.

Liegen die Proben in Formaten der DIN-Reihe A vor, so werden vorteilhaft Spezialwaagen<sup>5</sup> benutzt, die das Quadratmetergewicht unmittelbar anzeigen, wenn z. B. 5 Bogen DIN A 3 oder 10 Bogen DIN A 4 aufgelegt werden (Abb. 97). Weichen die Abmessungen von den Formaten der DIN-Reihe A ab, werden die üblichen technischen Waagen benutzt, bei geringer Probenmenge Waagen feinerer Bauart, so z. B. für Abschnitte in der Größe von  $1 \text{ dm}^2$  die SCHOPPERschen Präzisionszeigerwaagen (vgl. Abb. 44).



Abb. 97. Waage zur Bestimmung des Quadratmetergewichtes (Louis Schopper, Leipzig).

<sup>1</sup> SCHILDE: Füllstofflagerung im Papier. Papierfabrikant **28** (1930) S. 409, 423, 439.

<sup>2</sup> RIESENFELD u. HAMBURGER: Über die Zweiseitigkeit von Druckpapieren. Papierfabrikant **27** (1929) S. 528.

<sup>3</sup> Über die Verteilung der Füllstoffe im Papiergefüge vgl. SCHÜTZ: Papierfabrikant **35** (1937) S. 516.

<sup>4</sup> Die Behörden stellen gemäß erlassener Vorschriften das Gewicht des gelieferten Papiers durch Auswiegen von Riespaketen fest, wobei das zum Umhüllen verwendete Umschlagpapier, aber nur dieses, nicht auch das zum Schutz mitverwendete Packmaterial usw. mitgewogen wird.

<sup>5</sup> Lieferfirma: Louis Schopper, Leipzig.



## 2. Dicke.

Die Bestimmung der Dicke von Papier erfolgt im allgemeinen mit hierfür besonders entwickelten Dickenmessern. In Fällen, in denen es auf sehr genaue Messung ohne Druckeinwirkung ankommt, kann die Bestimmung auf mikroskopischem Wege erfolgen.

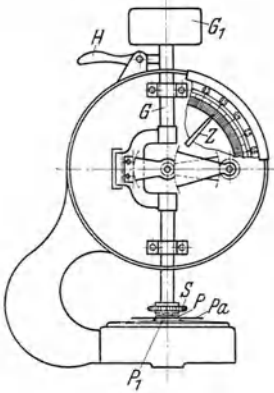


Abb. 98. SCHOPPERS Dickenmesser „Automatik“ (schematisch).

a) Der gebräuchlichste **Dickenmesser** ist der von der Firma Schopper, Leipzig, gebaute „Automatik“, dessen Wirkungsweise aus Abb. 98 zu ersehen ist.

Durch einen Druck auf den Daumenhebel *H* wird das Gestänge *G* mit dem am unteren Ende angebrachten oberen Taster *P* angehoben, wobei gleichzeitig der Zeiger *Z* aus seiner Nullstellung nach rechts bewegt wird. Das zu messende Papier *Pa* legt man auf den unteren mit dem Gestell fest verbundenen Meßtaster *P*<sub>1</sub> und läßt dann das Gestänge *G* durch Freigeben des Daumenhebels *H* nach unten gehen, bis der obere Taster *P* auf dem Papier aufliegt.

Der Zeiger gibt dann auf der Skala die absolute Dicke der Papierprobe an mit einer Genauigkeit von  $\frac{1}{200}$  (Meßbereich 0 bis 1 mm) bzw.  $\frac{1}{100}$  mm (Meßbereiche 0 bis 2 und 0 bis 10 mm); mit Hilfe des am Zeiger befestigten Nonius kann man noch  $\frac{1}{1000}$  mm ablesen. Der Meßtaster hat eine Fläche von 2 cm<sup>2</sup>, durch das Gewicht *G*<sub>1</sub> am Gestänge wirkt er mit einem Druck von 2 kg auf die Probe. Die Messungen werden daher stets bei einem *spezifischen Tasterdruck* von 1 kg/cm<sup>2</sup> vorgenommen. Eine Korrektur der Nullstellung des Zeigers *Z* kann nötigenfalls mit Hilfe der Einstellmutter *S* erfolgen. Die neueste Ausführung des Apparates gibt die Abb. 99 wieder.

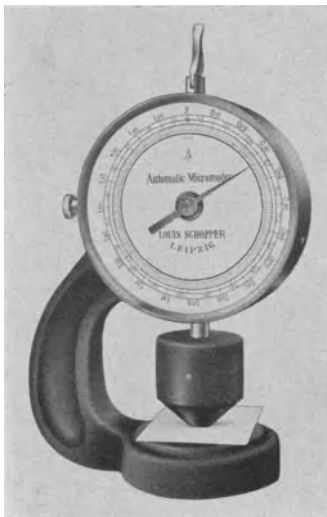


Abb. 99. SCHOPPERS Dickenmesser „Automatik“.

Der *Taschendickenmesser* derselben Firma arbeitet nach dem gleichen Prinzip. Er ermöglicht ebenfalls, Dickenmessungen auf  $\frac{1}{100}$  mm genau vorzunehmen. Die Einstellung des Nullpunktes erfolgt bei diesem Gerät durch Drehen der Skala.

Die Genauigkeit des Dickenmessers „Automatik“, dessen Empfindlichkeit der Beanspruchung im Betrieb angepaßt ist, reicht im allgemeinen aus. Für höhere Ansprüche an die Meßgenauigkeit hatte die Firma Zeiß, Jena, ein Feinmeßgerät gebaut, mit dem die Dicke auf  $\frac{1}{1000}$  mm *genau* bestimmt werden konnte. Der Apparat ist in HERZBERG: Papierprüfung, VII. Auflage, beschrieben, wird jedoch nach Angabe der Firma Zeiß zur Zeit nicht hergestellt.

Zur Dickenmessung stärkerer Pappen können auch Mikrometer-Schraubenlehren benutzt werden, wie z. B. der SCHOPPERSche Dickenmesser mit Trommelteilung und Fühlschraube, der einen Meßbereich von 0 bis 10 mm und eine Teilung von  $\frac{1}{100}$  zu  $\frac{1}{100}$  mm besitzt. Die Meßvorrichtung ist leicht aus dem Gestell zu entfernen und kann dann als Taschenapparat benutzt werden.

Für die Eichung der Dickenmesser sind genaue Meßlehren erforderlich.

*Durchführung der Dickenmessung nach DIN DVM 3411*<sup>1</sup>. Der Dickenmesser muß einen spezifischen Tasterdruck von  $1 \text{ kg/cm}^2$  aufweisen, die Fläche des Meßtasters soll  $2 \text{ cm}^2$  und der Teilungswert der Meßskala höchstens  $0,01 \text{ mm}$  betragen. Der Taster ist dem Papier auf  $0,2$  bis  $0,3 \text{ mm}$  zu nähern und dann durch Loslassen des Hebels freizugeben.

Auszuführen sind mindestens 20 Messungen, möglichst an verschiedenen Bogen. Die Messungen sind grundsätzlich am einzelnen Blatt vorzunehmen. Nur bei dünnen Papieren, deren Blattdicke unter  $0,03 \text{ mm}$  liegt, ist eine Lage von soviel Blättern zu verwenden, daß eine Gesamtdicke von mindestens  $0,03 \text{ mm}$  erreicht wird. Die erhaltenen Werte sind dann durch die Zahl der Blätter zu teilen.

Anzugeben ist der aus den Einzelergebnissen gebildete Mittelwert in mm. Ist die dritte Stelle hinter dem Komma ungenau, so ist sie als solche durch Tiefersetzen zu kennzeichnen. Ferner ist die Zahl der Einzelversuche anzuführen und beim Messen an Lagen von mehreren übereinanderliegenden Blättern die Zahl der Blätter anzugeben. —

Von den obenerwähnten Apparaten erfüllen nur der SCHOPPERSche Dickenmesser „Automatik“ und der von Zeiß die im Normblatt festgesetzten Bedingungen. Mit den übrigen Apparaten können demnach normgerechte Messungen nicht ausgeführt werden.

In der Zahlentafel 11 sind einige Messungen aufgeführt, die den Einfluß der Blattzahl bei der Bestimmung der Dicke zeigen. Danach wird sowohl bei weichen als auch bei harten Papieren eine gegenüber der Messung am einzelnen Blatt geringere Dicke erhalten, wenn die Messung an mehreren übereinandergelegten Blättern ausgeführt wird<sup>2</sup>.

Zahlentafel 11. Unterschiede der Ergebnisse bei der Dickenmessung am Einzelblatt und an vier übereinandergelegten Blättern.

Papiersorte	Dicke in mm gemessen		Verhältnis a : b
	am Einzelblatt a	an 4 übereinandergelegten Blättern b	
Löschpapier . . . . .	0,427	0,419	100 : 98
Federleichtes Druckpapier 100 g/m <sup>2</sup> . . . . .	0,156	0,150	100 : 96
Federleichtes Druckpapier 90 g/m <sup>2</sup> . . . . .	0,155	0,151	100 : 97
Federleichtes Druckpapier 65 g/m <sup>2</sup> . . . . .	0,130	0,122	100 : 94
Normal 4 b-Papier . . . . .	0,089	0,085	100 : 96
Schreibmaschinenpapier . . . . .	0,065	0,059	100 : 91
Kopierpapier . . . . .	0,036	0,033	100 : 92
Pergaminpapier . . . . .	0,025	0,024	100 : 96
		Im Mittel:	100 : 95

b) Von TECLU<sup>3</sup> wurde vorgeschlagen, die Dicke des Papiers mit Hilfe des *Mikroskops* zu messen. Er hat hierzu ein Mikroskop mit einer besonderen Vorrichtung zum Aufrechtstellen des Papierstückes versehen und liest die Dicke mit Hilfe eines Okularmikrometers ab.

Der mikroskopischen Methode hat sich auch GÜNTHER<sup>4</sup> bedient, um genaue Dickenmessungen ausführen zu können. Er benutzt ein Zeiß-Objektiv C  $20\times$ , Numer. Apert.  $0,4$  und Okular  $5\times$  und mißt das Profil von Papierstreifen, die er mit einer auf dem Objektträger aufklebbaren Vorrichtung durch die Mitte des Gesichtsfeldes hindurchführt.

<sup>1</sup> Wiedergegeben mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses. Maßgebend ist die jeweils neueste Ausgabe des Normblattes im Normformat A 4, das beim Beuth-Vertrieb, GmbH., Berlin SW 68, erhältlich ist.

<sup>2</sup> Vgl. R. KORN: Papierfabrikant **36** (1938) S. 21, 29.

<sup>3</sup> TECLU: Dingers polytechn. J. 1895, S. 187 u. VALENTA: Das Papier 1904, S. 180.

<sup>4</sup> GÜNTHER: Diss. Dresden 1930; siehe auch HERZOG: Kunstseide **II** (1929) S. 383.

### 3. Raumgewicht.

Das wahre spezifische Gewicht von Papier interessiert im allgemeinen in der Papierprüfung nur wenig, da der Unterschied des spezifischen Gewichtes der verschiedenen Faserarten, die den Hauptbestandteil der Papiere ausmachen, nur gering ist. Von weit größerer Bedeutung ist das *Raumgewicht*<sup>1</sup>, das das Verhältnis des Gewichtes zur Dicke des Papiers ausdrückt, mit anderen Worten darüber Aufschluß gibt, ob ein Papier stark auftragend oder dicht gearbeitet ist<sup>2</sup>.

Zur Feststellung des Raumgewichtes nach DIN DVM 3411<sup>3</sup> mißt man die Dicke  $D$  des Papiers in Millimetern und bestimmt das Quadratmetergewicht  $G_q$  in Gramm. Dann ist das

$$\text{Raumgewicht} = \frac{G_q}{1000 \cdot D} \left[ \frac{\text{kg}}{\text{dm}^3} \right].$$

Die Werte für das Raumgewicht unbeschwerter Papiere schwanken von etwa 0,33 kg/dm<sup>3</sup> bei sehr lockeren Papieren (Löschpapier) bis zu etwa 1,35 kg/dm<sup>3</sup> bei sehr dichten Sorten (Pergaminpapier). Das deutsche Banknotenpapier hat z. B. das Raumgewicht von annähernd 0,75 kg/dm<sup>3</sup>.

Im Handel werden zur Charakterisierung von Federleicht- oder Dickdruckpapieren auch Angaben über Volumen oder Bogendicke gemacht, die in Beziehung stehen zu nicht auftragenden Papieren mit einem Raumgewicht von 1 kg/dm<sup>3</sup> bzw. einer Dicke von 0,1 mm bei einem Quadratmetergewicht von 100 g. Es ist dann unter „doppeltem Volumen“ ein Raumgewicht von 0,5 kg/dm<sup>3</sup> zu verstehen, unter „zweifacher Bogendicke“ eine Dicke von 0,2 mm bei einem Quadratmetergewicht von 100 g.

Nach Ansicht von STOTZ<sup>4</sup> besteht in der Praxis eine gewisse Abneigung gegen die Anwendung des Raumgewichtes, da Papier nicht als Körper, sondern als Fläche behandelt und bewertet wird. Er schlägt deshalb für die relative Dicke den Begriff der *100 g-Dicke* vor; das ist die Dicke, die das Papier bei einem Quadratmetergewicht von 100 g haben würde. KLEMM<sup>5</sup> hält es für zweckmäßiger, die Papierdichte durch das „1-Millimeterblatt-Quadratmetergewicht“ auszudrücken, also durch das Quadratmetergewicht, das das Papier bei einer Dicke von 1 mm haben würde. Beide Vorschläge haben sich jedoch bisher nicht eingebürgert.

## III. Zugfestigkeit.

### 1. Begriffsbestimmungen.

**a) Bruchlast und Dehnung.** Wird ein an einem Ende festgehaltener Papierstreifen auf Zug beansprucht, so erfährt er eine mit steigender Belastung ( $p$ ) zunehmende *Verlängerung* ( $\lambda$ ):

$$\lambda = l_1 - l_0 \quad [\text{mm}]; \quad (1)$$

$l_0$  = Länge des ungedehnten Streifens [mm],

$l_1$  = Länge des gedehnten Streifens [mm].

Die auf die Länge des ungedehnten Streifens bezogene Verlängerung wird *Dehnung* ( $\varepsilon$ ) genannt:

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{l_0} = \frac{l_1 - l_0}{l_0}. \quad (2)$$

<sup>1</sup> Das Raumgewicht entspricht der „Rohwichte“ nach DIN 1306.

<sup>2</sup> Diese Eigenschaft wird in Amerika durch den *Bulk*-Wert gekennzeichnet. Die Definition des Begriffes „Bulk“ und die Bestimmungsmethode sind jedoch bisher nicht einheitlich festgelegt. Vielfach wird unter Bulk die Dicke einer bestimmten Anzahl Bogen unter einem bestimmten Druck verstanden, mitunter auch das Verhältnis der Dicke zum Quadratmetergewicht u. a. m. Vgl. CARSON: Paper Trade J. **89** (1929) Nr. 15, S. 55 u. Paper Mkrs. monthl. J. **66**, Nr. 2, S. 75. Ref. Papierfabrikant **27** (1929) Nr. 19.

<sup>3</sup> Über die Prüfvorschrift der „Paper makers' Assoc. of great Britain and Ireland“ vgl. „First report of the Paper Testing methods“. London 1937.

<sup>4</sup> STOTZ: Die relative Dickenbestimmung des Papiers auf Grund der 100 g-Dicke. Wbl. Papierfabr. **59** (1928) S. 1303.

<sup>5</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. **64** (1933) 579.

Erreicht die Belastung einen für das betreffende Papier kennzeichnenden Wert, die *Bruchlast* ( $P$ ), so zerreißt der Streifen. Die bis zum Bruch eingetretene Verlängerung heißt *Bruchdehnung* ( $\delta$ ).

$$\delta = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \cdot 100 \quad [\%]. \quad (2a)$$

Zeichnet man die den einzelnen Belastungsstufen zugehörigen Dehnungswerte in ein Koordinatennetz ein, so wird die *Kraft-Dehnungslinie* erhalten, die den Verlauf der *Formänderung* in Abhängigkeit von der Belastung veranschaulicht (Abb. 100).

Im Gegensatz zu anderen Werkstoffen, deren Formänderungsverhalten durch einen *elastischen Bereich* ausgezeichnet ist, innerhalb dem praktische vollkommene Proportionalität zwischen *Spannung* ( $\sigma$ )<sup>1</sup> und *Dehnung* gemäß dem *HOOKschen Gesetz*<sup>2</sup> besteht, bei denen ferner die Dehnungsvorgänge praktisch von der *Verformungsdauer* (Dehnungsgeschwindigkeit) unabhängig und nach Beendigung der Krafteinwirkung umkehrbar sind, ist die Formänderung von Papier durch das Fehlen eines echten elastischen Bereiches charakterisiert, d. h. auch bei geringer Belastung setzt sich die *Gesamtdehnung* aus einem *elastischen* (umkehrbaren) und einem *bleibenden* (nicht umkehrbaren) Anteil zusammen, der bei geringer Belastung meist klein ist, mit zunehmender Belastung jedoch stark ansteigt (Abb. 124). Aus diesem Grunde ist die Voraussetzung für die Berechnung des in der Materialprüfung sonst üblichen *Elastizitätsmoduls*<sup>2</sup> nicht gegeben. — Wesentlich ist ferner die ausgeprägte *Zeitabhängigkeit* der Dehnungsvorgänge, die sich ebenfalls aus dem teilweise *plastischen Verhalten des Papiergefüges* ergibt (vgl. S. 101).

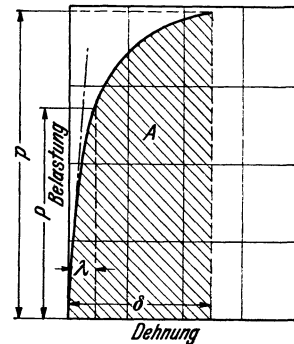


Abb. 100. Kraft-Dehnungslinie beim Zugversuch.  $p$  Belastung;  $P$  Bruchlast;  $\lambda$  Langenzunahme bei der Belastung  $p$ ;  $\delta$  Bruchdehnung;  $A$  Arbeitsfläche.

**b) Reißlänge.** Die bei der Prüfung von Papieren verschiedenen Quadratmetergewichts ermittelten Bruchlastwerte sind nicht ohne weiteres vergleichbar. Die Umrechnung auf die Querschnittseinheit durch Berechnung der spezifischen Spannung ( $\sigma$ ), wie dies bei den völlig raumerfüllten Werkstoffen geschieht, ist hier nur in besonderen Fällen, wie z. B. bei dem stark verdichteten Preßspan und bei Vulkanfaser näherungsweise möglich und üblich. Im allgemeinen ist wegen der unvollkommenen Raumerfüllung des Papiergefüges der Querschnitt nicht in einfacher Weise definierbar oder experimentell zu bestimmen<sup>3</sup>. Von HARTIG wurde daher der von REULEAUX für die Untersuchung von Seilen eingeführte Begriff der *Reißlänge* als relatives Maß für die Zugfestigkeit

$$^1 \sigma = \frac{p}{F} \left[ \frac{\text{kg}}{\text{cm}^2} \right]; \quad F = \text{Querschnitt der Probe} \quad [\text{cm}^2]; \\ p = \text{Belastung} \quad [\text{kg}]$$

$$^2 \varepsilon = \alpha \cdot \sigma = \frac{1}{E} \cdot \sigma = \frac{1}{E} \cdot \frac{p}{F};$$

$$\alpha = \text{Dehnungszahl} \left[ \frac{\text{cm}^2}{\text{kg}} \right] = \text{Änderung der Längeneinheit, bezogen auf die Spannungseinheit.}$$

$$E = \frac{1}{\alpha} = \frac{1}{\varepsilon} \cdot \frac{p}{F} = \text{Elastizitätsmodul} \left[ \frac{\text{kg}}{\text{cm}^2} \right].$$

<sup>3</sup> Die *spezifische Festigkeit* ist aus der Reißlänge ( $R$ ) [km] erchenbar, wenn die Dichte ( $\gamma$ ) des Fasermaterials bekannt ist:

$$\sigma = R \cdot \gamma \quad [\text{kg/mm}^2].$$

in die Papierprüfung übernommen. Hierbei wird unter *Reißlänge* diejenige Länge eines Papierstreifens von beliebiger, aber gleichbleibender Breite und von beliebigem Quadratmetergewicht verstanden, bei der er, an einem Ende aufgehängt gedacht, infolge der Zugwirkung seines Eigengewichtes am Aufhängepunkt abreißen würde. Die Reißlänge kann demnach aus der Bruchlast und dem Streifengewicht bzw. dem Quadratmetergewicht errechnet werden, und zwar unter Benutzung der nachstehenden Formeln von HARTIG (4) und HOYER (5).

α) Berechnung der Reißlänge nach HARTIG:

$$R = \frac{l}{G} \cdot P = N \cdot P \quad [\text{km}]; \quad (4)$$

$l$  = freie Einspannlänge des Versuchstreifens [m],

$G$  = Gewicht des lufttrocknen<sup>1</sup> Streifens [g],

$P$  = Bruchlast [kg],

$N$  = Feinheitsnummer  $\left[ \frac{\text{m}}{\text{g}} \right]$ .

Zur Vereinfachung der Berechnung der Reißlänge sind die Zahlenwerte für das als *Feinheitsnummer* ( $N$ ) bezeichnete Verhältnis von Streifenlänge zu Streifengewicht in besonderen Tafeln zusammengestellt (vgl. Zahlentafel 12 für Streifenlänge 180 mm). Bei der Ermittlung der Reißlänge wird so verfahren, daß die dem mittleren Streifengewicht entsprechende Feinheitsnummer der Zahlentafel entnommen und mit der Bruchlast multipliziert wird. Das Produkt entspricht der Reißlänge (km).

β) Berechnung der Reißlänge nach HOYER:

$$R = \frac{P}{G_g \cdot b} \quad [\text{km}]; \quad (5)$$

$G_g$  = Quadratmetergewicht  $\left[ \frac{\text{g}}{\text{m}^2} \right]$ ,

$b$  = Streifenbreite [m].

c) **Zerreiẞarbeit.** Die für das Zerreiẞen des Prüfstreifens geleistete Arbeit, das Arbeitsaufnahmevermögen ( $A$ ), ergibt sich aus der Fläche, die durch die Kraft-Dehnungslinie, ihre Projektion auf die Dehnungsordinate und durch die der Bruchlast entsprechenden Ordinate eingeschlossen wird (Abb. 100). Der numerische Wert wird durch Planimetrieren dieser Fläche gefunden; rechnerisch ergibt er sich aus der Bruchlast  $P$  [kg] und der Streifenverlängerung  $\lambda$  [cm] bzw. der Bruchdehnung  $\delta$  [%] nach den Formeln:

$$A = \eta \cdot P \lambda = \eta \cdot P \delta l_0 \quad [\text{cm kg}] \quad (6) \text{ u. } (6a)$$

$l_0$  = Streifenlänge [m].

Der dimensionslose Beiwert  $\eta$  heißt *Völligkeitsgrad* und bezeichnet das Verhältnis zwischen der Arbeitsfläche ( $A$ ) zu der Fläche des umschreibenden Rechteckes ( $P \cdot \lambda$ ). Er beträgt bei Papier im Durchschnitt etwa  $\frac{2}{3}$ , so daß unter Benutzung dieses Erfahrungswertes die Berechnung eines Näherungswertes für die Zerreiẞarbeit möglich ist<sup>2</sup>:

<sup>1</sup> In der ersten Zeit der amtlichen Papierprüfung wurde für die Berechnung der Reißlänge das Gewicht des absolut trocknen Streifens benutzt. Dieses umständliche Verfahren konnte in der Folge aufgegeben werden, als dazu übergegangen worden war, sämtliche Prüfungen bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit durchzuführen.

<sup>2</sup> Der Völligkeitsgrad beträgt in der Längs- und Querrichtung im allgemeinen:

$$\eta_{\text{längs}} = 0,60 \text{ bis } 0,64,$$

$$\eta_{\text{quer}} = 0,68 \text{ bis } 0,76.$$

Zahlentafel 12. Bestimmung der Feinheitnummer.

Die *stark* gedruckten Zahlen beziehen sich auf das Gewicht eines Streifens von 0,18 m Länge, die darunter stehenden *schwach* gedruckten geben die zugehörigen Feinheitnummern an.

<b>0,100</b>	<b>0,120</b>	<b>0,140</b>	<b>0,160</b>	<b>0,180</b>	<b>0,200</b>	<b>0,220</b>	<b>0,240</b>	<b>0,260</b>	<b>0,280</b>	<b>0,300</b>	<b>0,320</b>	<b>0,340</b>	<b>0,360</b>	<b>0,380</b>	<b>0,400</b>
1,800	1,500	1,286	1,125	1,000	0,900	0,818	0,750	0,692	0,643	0,600	0,563	0,529	0,500	0,474	0,450
<b>0,101</b>	<b>0,121</b>	<b>0,141</b>	<b>0,161</b>	<b>0,181</b>	<b>0,201</b>	<b>0,221</b>	<b>0,241</b>	<b>0,261</b>	<b>0,281</b>	<b>0,301</b>	<b>0,321</b>	<b>0,341</b>	<b>0,361</b>	<b>0,381</b>	<b>0,401</b>
1,782	1,488	1,277	1,118	0,994	0,896	0,814	0,747	0,690	0,641	0,598	0,561	0,528	0,499	0,472	0,449
<b>0,102</b>	<b>0,122</b>	<b>0,142</b>	<b>0,162</b>	<b>0,182</b>	<b>0,202</b>	<b>0,222</b>	<b>0,242</b>	<b>0,262</b>	<b>0,282</b>	<b>0,302</b>	<b>0,322</b>	<b>0,342</b>	<b>0,362</b>	<b>0,382</b>	<b>0,402</b>
1,765	1,475	1,268	1,111	0,989	0,891	0,811	0,744	0,687	0,638	0,596	0,559	0,526	0,497	0,471	0,448
<b>0,103</b>	<b>0,123</b>	<b>0,143</b>	<b>0,163</b>	<b>0,183</b>	<b>0,203</b>	<b>0,223</b>	<b>0,243</b>	<b>0,263</b>	<b>0,283</b>	<b>0,303</b>	<b>0,323</b>	<b>0,343</b>	<b>0,363</b>	<b>0,383</b>	<b>0,403</b>
1,748	1,463	1,259	1,104	0,984	0,887	0,807	0,741	0,684	0,636	0,594	0,557	0,525	0,496	0,470	0,447
<b>0,104</b>	<b>0,124</b>	<b>0,144</b>	<b>0,164</b>	<b>0,184</b>	<b>0,204</b>	<b>0,224</b>	<b>0,244</b>	<b>0,264</b>	<b>0,284</b>	<b>0,304</b>	<b>0,324</b>	<b>0,344</b>	<b>0,364</b>	<b>0,384</b>	<b>0,404</b>
1,731	1,452	1,250	1,098	0,978	0,882	0,804	0,738	0,682	0,634	0,592	0,556	0,523	0,495	0,469	0,446
<b>0,105</b>	<b>0,125</b>	<b>0,145</b>	<b>0,165</b>	<b>0,185</b>	<b>0,205</b>	<b>0,225</b>	<b>0,245</b>	<b>0,265</b>	<b>0,285</b>	<b>0,305</b>	<b>0,325</b>	<b>0,345</b>	<b>0,365</b>	<b>0,385</b>	<b>0,405</b>
1,714	1,440	1,241	1,091	0,973	0,878	0,800	0,735	0,679	0,632	0,590	0,554	0,522	0,493	0,468	0,444
<b>0,106</b>	<b>0,126</b>	<b>0,146</b>	<b>0,166</b>	<b>0,186</b>	<b>0,206</b>	<b>0,226</b>	<b>0,246</b>	<b>0,266</b>	<b>0,286</b>	<b>0,306</b>	<b>0,326</b>	<b>0,346</b>	<b>0,366</b>	<b>0,386</b>	<b>0,406</b>
1,698	1,429	1,233	1,084	0,968	0,874	0,796	0,732	0,677	0,629	0,588	0,552	0,520	0,492	0,466	0,443
<b>0,107</b>	<b>0,127</b>	<b>0,147</b>	<b>0,167</b>	<b>0,187</b>	<b>0,207</b>	<b>0,227</b>	<b>0,247</b>	<b>0,267</b>	<b>0,287</b>	<b>0,307</b>	<b>0,327</b>	<b>0,347</b>	<b>0,367</b>	<b>0,387</b>	<b>0,407</b>
1,682	1,417	1,224	1,078	0,963	0,870	0,793	0,729	0,674	0,627	0,586	0,550	0,519	0,490	0,465	0,442
<b>0,108</b>	<b>0,128</b>	<b>0,148</b>	<b>0,168</b>	<b>0,188</b>	<b>0,208</b>	<b>0,228</b>	<b>0,248</b>	<b>0,268</b>	<b>0,288</b>	<b>0,308</b>	<b>0,328</b>	<b>0,348</b>	<b>0,368</b>	<b>0,388</b>	<b>0,408</b>
1,667	1,406	1,216	1,071	0,957	0,865	0,789	0,726	0,672	0,625	0,584	0,549	0,517	0,489	0,464	0,441
<b>0,109</b>	<b>0,129</b>	<b>0,149</b>	<b>0,169</b>	<b>0,189</b>	<b>0,209</b>	<b>0,229</b>	<b>0,249</b>	<b>0,269</b>	<b>0,289</b>	<b>0,309</b>	<b>0,329</b>	<b>0,349</b>	<b>0,369</b>	<b>0,389</b>	<b>0,409</b>
1,651	1,395	1,208	1,065	0,952	0,861	0,786	0,723	0,669	0,623	0,583	0,547	0,516	0,488	0,463	0,440
<b>0,110</b>	<b>0,130</b>	<b>0,150</b>	<b>0,170</b>	<b>0,190</b>	<b>0,210</b>	<b>0,230</b>	<b>0,250</b>	<b>0,270</b>	<b>0,290</b>	<b>0,310</b>	<b>0,330</b>	<b>0,350</b>	<b>0,370</b>	<b>0,390</b>	<b>0,410</b>
1,636	1,385	1,200	1,059	0,947	0,857	0,783	0,720	0,667	0,621	0,581	0,545	0,514	0,486	0,462	0,439
<b>0,111</b>	<b>0,131</b>	<b>0,151</b>	<b>0,171</b>	<b>0,191</b>	<b>0,211</b>	<b>0,231</b>	<b>0,251</b>	<b>0,271</b>	<b>0,291</b>	<b>0,311</b>	<b>0,331</b>	<b>0,351</b>	<b>0,371</b>	<b>0,391</b>	<b>0,411</b>
1,622	1,374	1,192	1,053	0,942	0,853	0,779	0,717	0,664	0,619	0,579	0,544	0,513	0,485	0,460	0,438
<b>0,112</b>	<b>0,132</b>	<b>0,152</b>	<b>0,172</b>	<b>0,192</b>	<b>0,212</b>	<b>0,232</b>	<b>0,252</b>	<b>0,272</b>	<b>0,292</b>	<b>0,312</b>	<b>0,332</b>	<b>0,352</b>	<b>0,372</b>	<b>0,392</b>	<b>0,412</b>
1,607	1,364	1,184	1,047	0,937	0,849	0,776	0,714	0,662	0,616	0,577	0,542	0,511	0,484	0,459	0,437
<b>0,113</b>	<b>0,133</b>	<b>0,153</b>	<b>0,173</b>	<b>0,193</b>	<b>0,213</b>	<b>0,233</b>	<b>0,253</b>	<b>0,273</b>	<b>0,293</b>	<b>0,313</b>	<b>0,333</b>	<b>0,353</b>	<b>0,373</b>	<b>0,393</b>	<b>0,413</b>
1,593	1,353	1,176	1,040	0,933	0,845	0,773	0,711	0,659	0,614	0,575	0,541	0,510	0,483	0,458	0,436
<b>0,114</b>	<b>0,134</b>	<b>0,154</b>	<b>0,174</b>	<b>0,194</b>	<b>0,214</b>	<b>0,234</b>	<b>0,254</b>	<b>0,274</b>	<b>0,294</b>	<b>0,314</b>	<b>0,334</b>	<b>0,354</b>	<b>0,374</b>	<b>0,394</b>	<b>0,414</b>
1,579	1,343	1,169	1,034	0,928	0,841	0,769	0,709	0,657	0,612	0,573	0,539	0,508	0,481	0,457	0,435
<b>0,115</b>	<b>0,135</b>	<b>0,155</b>	<b>0,175</b>	<b>0,195</b>	<b>0,215</b>	<b>0,235</b>	<b>0,255</b>	<b>0,275</b>	<b>0,295</b>	<b>0,315</b>	<b>0,335</b>	<b>0,355</b>	<b>0,375</b>	<b>0,395</b>	<b>0,415</b>
1,565	1,333	1,161	1,029	0,923	0,837	0,766	0,706	0,655	0,610	0,571	0,537	0,507	0,480	0,456	0,434
<b>0,116</b>	<b>0,136</b>	<b>0,156</b>	<b>0,176</b>	<b>0,196</b>	<b>0,216</b>	<b>0,236</b>	<b>0,256</b>	<b>0,276</b>	<b>0,296</b>	<b>0,316</b>	<b>0,336</b>	<b>0,356</b>	<b>0,376</b>	<b>0,396</b>	<b>0,416</b>
1,552	1,324	1,154	1,023	0,918	0,833	0,763	0,703	0,652	0,608	0,570	0,536	0,506	0,479	0,455	0,433
<b>0,117</b>	<b>0,137</b>	<b>0,157</b>	<b>0,177</b>	<b>0,197</b>	<b>0,217</b>	<b>0,237</b>	<b>0,257</b>	<b>0,277</b>	<b>0,297</b>	<b>0,317</b>	<b>0,337</b>	<b>0,357</b>	<b>0,377</b>	<b>0,397</b>	<b>0,417</b>
1,538	1,314	1,146	1,017	0,914	0,829	0,759	0,700	0,650	0,606	0,568	0,534	0,504	0,477	0,453	0,432
<b>0,118</b>	<b>0,138</b>	<b>0,158</b>	<b>0,178</b>	<b>0,198</b>	<b>0,218</b>	<b>0,238</b>	<b>0,258</b>	<b>0,278</b>	<b>0,298</b>	<b>0,318</b>	<b>0,338</b>	<b>0,358</b>	<b>0,378</b>	<b>0,398</b>	<b>0,418</b>
1,525	1,304	1,139	1,011	0,909	0,826	0,756	0,698	0,647	0,604	0,566	0,533	0,503	0,476	0,452	0,431
<b>0,119</b>	<b>0,139</b>	<b>0,159</b>	<b>0,179</b>	<b>0,199</b>	<b>0,219</b>	<b>0,239</b>	<b>0,259</b>	<b>0,279</b>	<b>0,299</b>	<b>0,319</b>	<b>0,339</b>	<b>0,359</b>	<b>0,379</b>	<b>0,399</b>	<b>0,419</b>
1,513	1,295	1,132	1,006	0,905	0,822	0,753	0,695	0,645	0,602	0,564	0,531	0,501	0,475	0,451	0,430

In gleicher Weise wie die Bruchlast wird auch das Arbeitsaufnahmevermögen vom Quadratmetergewicht beeinflusst. Ein von diesem unabhängiges Maß für das Arbeitsvermögen ist der *Arbeitsmodul*  $A_0$ , der einen auf die Gewichtseinheit und gleiche Streifenlänge bezogenen spezifischen Arbeitswert darstellt:

$$A_0 = \eta \cdot \frac{P \cdot \delta}{100} \cdot \frac{l_0}{G} = \eta \cdot \frac{R \cdot \delta}{100} \left[ \frac{\text{cmkg}}{\text{g}} \right]; \quad (8) \text{ u. } (8a)$$

$\delta$  = Bruchdehnung [%],

$R$  = Reißlänge [km],

$l_0$  = Streifenlänge [m],

$\eta$  = Völligkeitswert  $\approx \frac{2}{3}$ .

$G$  = Streifengewicht [g],

## 2. Der Zugversuch.

a) *Prüfapparate.* Im Gegensatz zu den ursprünglich verwendeten Federapparaten von WENDLER, HARTIG, REUSCH und LEUNER<sup>1</sup> haben sich die nach dem Prinzip der Neigungswaage gebauten Zugfestigkeitsprüfer fast ausnahmslos

<sup>1</sup> Vgl. HERZBERG: Papierprüfung, 1. bis 6. Aufl.

durchgesetzt. Für die bei der Papierprüfung in Betracht kommenden Meßbereiche wurden verschiedene Ausführungsformen entwickelt, von denen weiter unten einige beschrieben sind.

Der Antrieb der Apparate erfolgt entweder durch eine Handkurbel oder auf mechanischem Wege durch Wasserdruck, „Schwerkraftmotor“<sup>1</sup> oder Elektromotor. Hierbei ist es für eine normengerechte Prüfung erforderlich, daß die Antriebsgeschwindigkeit, d. h. die Abzugsgeschwindigkeit der unteren Klemme

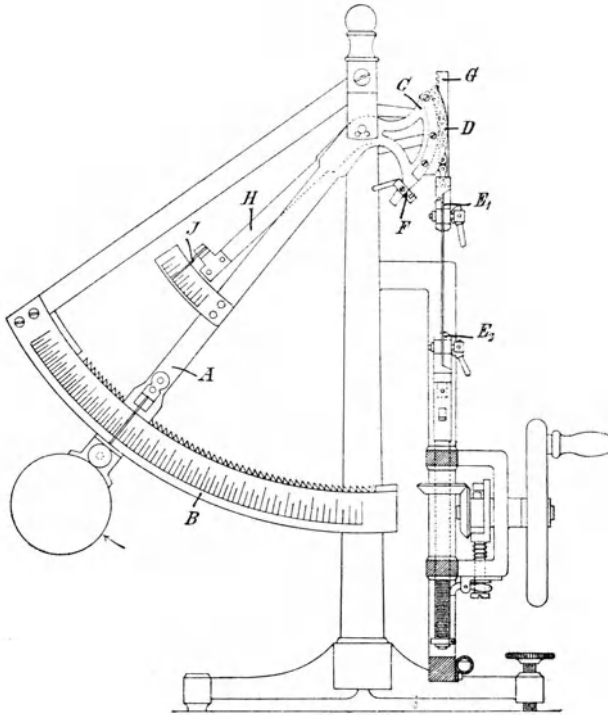


Abb. 101. SCHOPPERS Festigkeitsprüfer für Papier mit Handantrieb.

stufenlos regulierbar ist. Durch die Kette *D* wird erreicht, daß die obere Klemme sich immer senkrecht über der unteren *E*<sub>2</sub> befindet, eine zwanglose Beweglichkeit während des Versuches behält, und daß der Angriffshebel stets die gleiche Länge hat.

Die *Messung der Dehnung* erfolgt durch die Feststellung der gegenseitigen Verschiebung der beiden Einspannklemmen *E*<sub>1</sub> und *E*<sub>2</sub>. Um diese Verschiebung zu bestimmen, wird die Bewegung der unteren Klemme durch der Zahnstange *G* auf den Dehnungshebel *H* übertragen, der statt des oberen Armes ein Zahnsegment trägt. An diesem Hebel *H*, welcher sich um den Zapfen des Gewichtshebels *A* drehen kann, ist ein Zeiger *J* angebracht, welcher sich über zwei am Krafthebel befindliche Bogenteilungen bewegt. Die eine dieser Teilungen gibt die Verlängerung des Streifens, die mit der Verschiebung der Klemmen gegeneinander gleichbedeutend ist, in Millimetern an, die andere gibt sie, bei einer Streifenlänge von 180 mm, direkt in Prozenten an. Das untere Ende der Zahnstange *G* ist an einer Hülse befestigt, welche sich auf einer mit der Antriebspindel parallelen Gleitstange bewegen kann und während des Versuches von einem an der Antriebspindel befestigten Mitnehmer bewegt wird. Diese Zahnstange, die sich in einer festen Führung bewegt, wird durch eine Bremsfeder fest gegen das gezahnte Segment des Dehnungshebels gedrückt, so daß toter Gang ausgeschlossen ist. Die hierdurch entstehende Zahnreibung wird vom Antrieb aufgenommen und ist daher auf die Kraftmessung ohne Einfluß.

An den Einspannklemmen sind Exzenterhebel zum Zusammendrücken der Backen angebracht, wodurch einfache, bequeme und sichere Einspannung des Streifens ermöglicht wird. — An der Antriebsvorrichtung befindet sich eine Sperrvorrichtung, die für eine bestimmte Streifenlänge das richtige Einstellen der unteren Klemme in der Nullage sichert.

<sup>1</sup> LOUIS SCHOPPER, Leipzig (D.R.P.).

Der Belastungshebel *A*

bewegt sich zwischen zwei Kreissegmenten, von denen das vordere *B* mit einer Teilung versehen ist, deren Bezifferung die Kraftleistung in kg angibt. Das hintere Segment ist gezahnt und dient zur Aufnahme der Sperrklinken, die nach dem Bruch des Streifens das Zurückfallen des Hebels *A* verhindern. Statt des zweiten Armes des Krafthebels ist ein Bogensegment *C* angebracht, über welches eine Kette *D* läuft, die am unteren Ende die eine Einspannklemme *E*<sub>1</sub> trägt. Um die Einspannung des Streifens zu erleichtern, kann diese Klemme während des Einspannens durch einen Haken *F* (oder einen Stift) an dem Segment *C* festgelegt werden. Durch

Die Wirkungsweise der nach dem Prinzip der Neigungswaage konstruierten Apparate ist folgende (Abb. 101):

Der Belastungshebel *A*

bewegt sich zwischen zwei Kreissegmenten, von denen das vordere *B* mit einer Teilung versehen ist, deren Bezifferung die Kraftleistung in kg angibt. Das hintere Segment ist gezahnt und dient zur Aufnahme der Sperrklinken, die nach dem Bruch des Streifens das Zurückfallen des Hebels *A* verhindern. Statt des zweiten Armes des Krafthebels ist ein Bogensegment *C* angebracht, über welches eine Kette *D* läuft, die am unteren Ende die eine Einspannklemme *E*<sub>1</sub> trägt. Um die Einspannung des Streifens zu erleichtern, kann diese Klemme während des Einspannens durch einen Haken *F* (oder einen Stift) an dem Segment *C* festgelegt werden. Durch

Die Wirkungsweise der nach dem Prinzip der Neigungswaage konstruierten Apparate ist folgende (Abb. 101):

Der Belastungshebel *A*

bewegt sich zwischen zwei Kreissegmenten, von denen das vordere *B* mit einer Teilung versehen ist, deren Bezifferung die Kraftleistung in kg angibt. Das hintere Segment ist gezahnt und dient zur Aufnahme der Sperrklinken, die nach dem Bruch des Streifens das Zurückfallen des Hebels *A* verhindern. Statt des zweiten Armes des Krafthebels ist ein Bogensegment *C* angebracht, über welches eine Kette *D* läuft, die am unteren Ende die eine Einspannklemme *E*<sub>1</sub> trägt. Um die Einspannung des Streifens zu erleichtern, kann diese Klemme während des Einspannens durch einen Haken *F* (oder einen Stift) an dem Segment *C* festgelegt werden. Durch

Die Wirkungsweise der nach dem Prinzip der Neigungswaage konstruierten Apparate ist folgende (Abb. 101):

Der Belastungshebel *A*

bewegt sich zwischen zwei Kreissegmenten, von denen das vordere *B* mit einer Teilung versehen ist, deren Bezifferung die Kraftleistung in kg angibt. Das hintere Segment ist gezahnt und dient zur Aufnahme der Sperrklinken, die nach dem Bruch des Streifens das Zurückfallen des Hebels *A* verhindern. Statt des zweiten Armes des Krafthebels ist ein Bogensegment *C* angebracht, über welches eine Kette *D* läuft, die am unteren Ende die eine Einspannklemme *E*<sub>1</sub> trägt. Um die Einspannung des Streifens zu erleichtern, kann diese Klemme während des Einspannens durch einen Haken *F* (oder einen Stift) an dem Segment *C* festgelegt werden. Durch

Die Wirkungsweise der nach dem Prinzip der Neigungswaage konstruierten Apparate ist folgende (Abb. 101):

Der Belastungshebel *A*

bewegt sich zwischen zwei Kreissegmenten, von denen das vordere *B* mit einer Teilung versehen ist, deren Bezifferung die Kraftleistung in kg angibt. Das hintere Segment ist gezahnt und dient zur Aufnahme der Sperrklinken, die nach dem Bruch des Streifens das Zurückfallen des Hebels *A* verhindern. Statt des zweiten Armes des Krafthebels ist ein Bogensegment *C* angebracht, über welches eine Kette *D* läuft, die am unteren Ende die eine Einspannklemme *E*<sub>1</sub> trägt. Um die Einspannung des Streifens zu erleichtern, kann diese Klemme während des Einspannens durch einen Haken *F* (oder einen Stift) an dem Segment *C* festgelegt werden. Durch

Die Wirkungsweise der nach dem Prinzip der Neigungswaage konstruierten Apparate ist folgende (Abb. 101):

Der Belastungshebel *A*

bewegt sich zwischen zwei Kreissegmenten, von denen das vordere *B* mit einer Teilung versehen ist, deren Bezifferung die Kraftleistung in kg angibt. Das hintere Segment ist gezahnt und dient zur Aufnahme der Sperrklinken, die nach dem Bruch des Streifens das Zurückfallen des Hebels *A* verhindern. Statt des zweiten Armes des Krafthebels ist ein Bogensegment *C* angebracht, über welches eine Kette *D* läuft, die am unteren Ende die eine Einspannklemme *E*<sub>1</sub> trägt. Um die Einspannung des Streifens zu erleichtern, kann diese Klemme während des Einspannens durch einen Haken *F* (oder einen Stift) an dem Segment *C* festgelegt werden. Durch

Die Wirkungsweise der nach dem Prinzip der Neigungswaage konstruierten Apparate ist folgende (Abb. 101):

Der Belastungshebel *A*

Die Abb. 102 zeigt einen neuzeitlich ausgeführten Apparat mit elektromotorischem Antrieb. Zur stufenlosen Regelung der Versuchsdauer ist ein Reibradgetriebe vorgesehen, dessen Regelbereich sich von 50 bis 500 mm/min Geschwindigkeit der unteren Klemme erstreckt. Durch einen Schalthebel kann der Antrieb auf Klemmentiefgang, Leerlauf und Klemmenhochgang geschaltet werden, wobei der Rücklauf beschleunigt erfolgt. In der Endstellung wird der Antrieb selbständig ausgeschaltet.

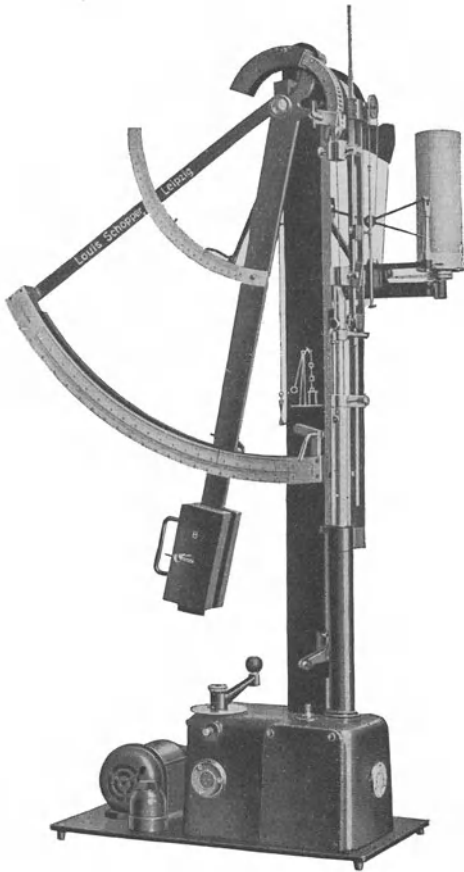


Abb. 102. SCHOPPERS Zugfestigkeitsprüfer für Papier, Karton und Pappe mit elektromotorischem Antrieb.

An Stelle der oben beschriebenen mechanisch arbeitenden Auslösevorrichtung für die Dehnungsmessung kann auch eine elektromagnetische benutzt werden, bei der das Ausschalten vom Kraftmesser gesteuert wird (Abb. 103). In dem Augenblick, in dem die Bruchlast erreicht wird, wird ein Stromkreis geschlossen; in dem Stromkreis liegt ein

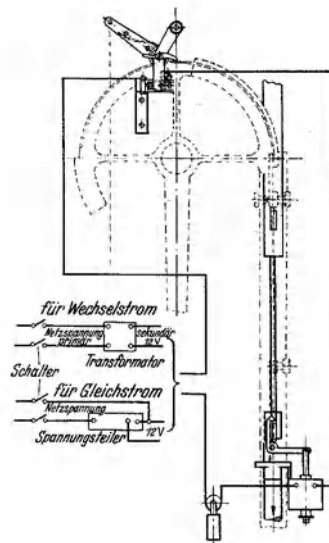


Abb. 103. Vorrichtung nach H. VOLLPRECHT zur selbsttätigen Auslösung des SCHOPPERSchen Dehnungsmessers.

Elektromagnet, der an der unteren Einspannklemme angebracht ist. Der Anker des Magnets wird angezogen und dadurch die Verbindung zwischen der unteren Klemme und der Mitnehmerstange des Dehnungsmessers unterbrochen. Der Magnet bleibt so lange unter Strom, bis der Krafthebel in seine Nullstellung zurückgekehrt ist, und damit der Kontakt wieder geöffnet ist. Der Anker fällt durch seine Schwere nach unten und kuppelt auf diese Weise selbsttätig die untere Klemme mit dem Dehnungsmesser.

Der SCHOPPERSche Zugfestigkeitsprüfer für Papier wird in 6 Größen mit je 2 einstellbaren Meßbereichen geliefert (kleinster Bereich 0 bis 1 kg mit 2 g-Teilung, größter 0 bis 100 kg mit 200 g-Teilung).

Für *dünne Papiere* sind ferner Apparate mit geringer Kraftaufnahme (Meßbereich 0 bis 100 g mit  $\frac{1}{5}$  g-Teilung bis Meßbereich 0 bis 3000 g mit 5 g-Teilung) (Abb. 104), für die Prüfung von *Karton, Pappe, Preßspan, Hartpappe* usw. besonders kräftige Apparate entwickelt worden (Meßbereich 0 bis 25 kg mit 50 g-Teilung bis 0 bis 1000 kg mit 2000 g-Teilung) (Abb. 105). Bei den schweren



Apparaten wird die Kraft durch einen Schleppeizer auf einer Kreisskala angezeigt, die Dehnungsmessung erfolgt in gleicher Weise wie bei den oben beschriebenen Apparaten. Beim Bruch des Probestreifens geht der Krafthebel selbsttätig in seine Ausgangsstellung zurück, wobei der Rückgang durch eine einstellbare Ölbremse gedämpft wird.

Für die Untersuchung von *Einzelfasern* dient der in Abb. 106 dargestellte SCHOPPERSche Apparat, dessen Kraftaufnahme 0 bis 1 g bis 0 bis 100 g bei einer Teilung von 0,01 bis 1 g beträgt.

Die Festigkeitsprüfer können mit selbsttätigen *Schaulinienschreibern zur Aufzeichnung der Kraft-Dehnungslinie* versehen werden (Abb. 107, 109 und 127),

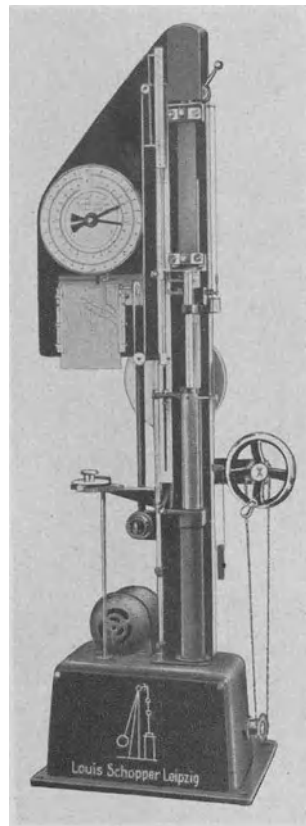
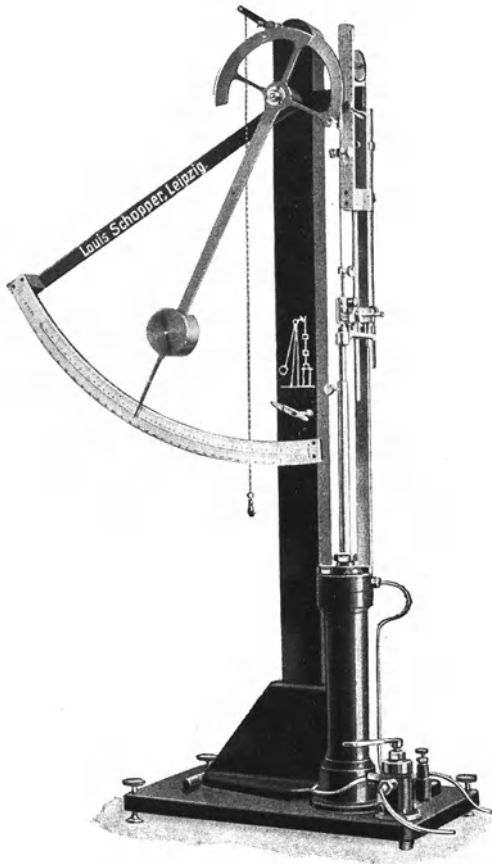


Abb. 104. SCHOPPERS Zugfestigkeitsprüfer für dünne Papiere.

Abb. 105. SCHOPPERS Zugfestigkeitsprüfer für Karton, Pappe, Preßspan, Hartpappe usw.

ferner mit dem *Diagrammapparat* nach ALT<sup>1</sup>, der als Schreibapparat zur Aufzeichnung der Belastungsgeschwindigkeit (Belastungszunahme in der Zeiteinheit) oder als Leit- bzw. Einstellapparat zum Einstellen einer beliebigen, während des Versuches jedoch gleichbleibenden Belastungsgeschwindigkeit dient. Mit Hilfe dieser Einrichtung kann demnach das Verhältnis von Kraft zu Zeit konstant gehalten werden.

Zur Durchführung von orientierenden Prüfungen wird von der Firma L. Schopper, Leipzig, ein *Handapparat* (Abb. 108) in den Handel gebracht, der wegen seiner geringen

<sup>1</sup> Beide Apparate werden von der Firma Louis Schopper, Leipzig, geliefert.

Abmessungen leicht mitgeführt werden kann. Zur Messung der Zugkraft dient eine in der Hülse befindliche Schraubenfeder, die mit der einen Einspannklemme verbunden ist; die zweite Einspannklemme ist am Gestell fest angebracht. Beansprucht wird der eingespannte Streifen durch die Anspannung der Feder, welche durch einfaches Umlegen des Antriebhebels von links nach rechts erfolgt. Der Apparat, der in 4 Größen mit Meßbereichen von 0,2 bis 1,5 kg, 0,3 bis 4 kg, 0,5 bis 8 kg und 1 bis 15 kg (Teilung 50 g bzw. 250 g) entwickelt wurde, ist für eine Streifenlänge von 50 mm und eine Streifenbreite von 10 mm eingerichtet. Die damit erhaltenen Ergebnisse weichen daher von denen ab, die bei Benutzung

von 180 mm langen und 15 mm breiten Streifen erhalten werden (vgl. S. 118 und 136). Für eine normengerechte Prüfung kommt der Handapparat aus diesem Grunde nicht in Betracht<sup>1</sup>.

### b) Einfluß der Versuchsbedingungen.

*α) Luftfeuchtigkeit und Temperatur* (vgl. S. 108). Von etwa 30% relativer Luftfeuchtigkeit an nimmt die

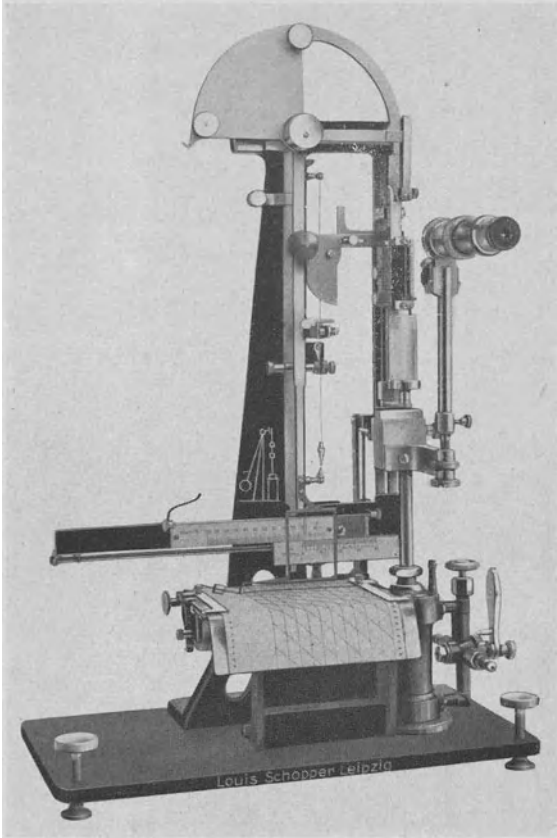


Abb. 106. SCHOPPERS Zugfestigkeitsprüfer für Einzelfasern.

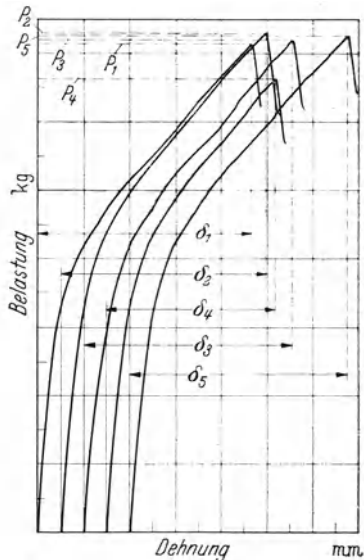


Abb. 107. Kraft-Dehnungslinien von 5 Einzelversuchen an einem Natronsackpapier (Querrichtung).

Zugfestigkeit mit zunehmender Feuchte dauernd ab, während sich die Dehnung beträchtlich erhöht (Abb. 109). Ebenso verursacht eine Temperaturzunahme bei konstanter relativer Luftfeuchtigkeit im allgemeinen eine Festigkeitsabnahme.

*Umrechnungsfaktoren:* Da die Einhaltung der genormten Luftfeuchtigkeit in der Praxis nicht immer möglich ist, wurden von DALÉN<sup>2</sup> Faktoren ermittelt, mit deren Hilfe die bei abweichenden Feuchtigkeitsverhältnissen gefundenen Festigkeitswerte auf die für 65% zutreffenden umgerechnet werden können. Die

<sup>1</sup> Über vergleichende Versuche mit dem Handapparat und einem Zugfestigkeitsprüfer der normalen Ausführung siehe DALÉN: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1911, Erg.-Heft 2, S. 9.

<sup>2</sup> DALÉN: Der Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Festigkeitseigenschaften von Papier. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1900, S. 133.

Fehler, die man bei ihrer Benutzung zu befürchten hat, sind um so größer, je mehr die Luftfeuchtigkeit von 65% abweicht. Aus diesem Grunde dürfte es, damit die berechneten Werte einigermaßen zuverlässig werden, angebracht

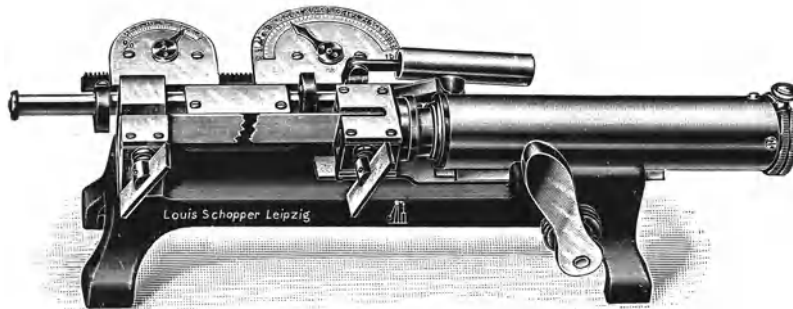


Abb. 108. SCHOPPERS Schnell-Papierprüfer.

sein, die Umrechnungen auf den zwischen 40% und 80% Luftfeuchtigkeit liegenden Bereich zu beschränken. — In Zahlentafel 13 sind innerhalb dieser

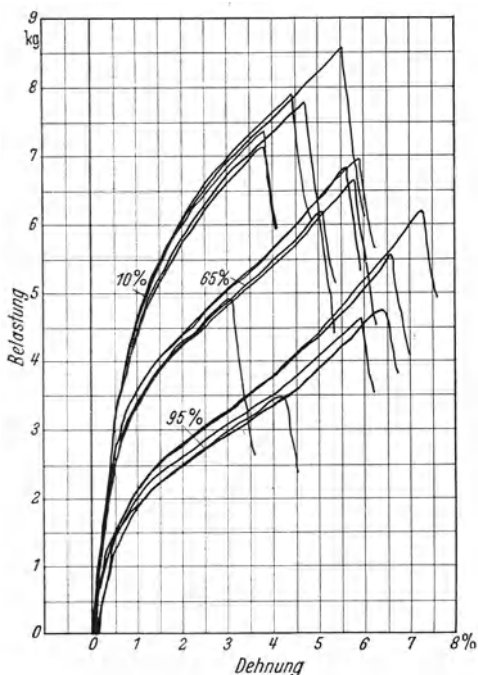


Abb. 109. Einfluß der relativen Luftfeuchtigkeit auf den Verlauf der Kraft-Dehnungslinien (Kabelpapier, Querrichtung, Einspannlänge 500 mm).

Grenzen die Faktoren zusammengestellt, mit denen man die für Reißlänge und Dehnung gefundenen Werte multiplizieren muß, um Werte zu erhalten, die denen bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit annähernd entsprechen würden. Sie sind Mittel aus zahlreichen Einzelwerten, die bei der Prüfung von Papieren verschiedenster Art gewonnen wurden<sup>1</sup>.

Für Schreib- und Druckpapiere hat SOTOWA<sup>2</sup> die in Zahlentafel 14 aufgeführten Koeffizienten für Reißlänge und Dehnung ermittelt.

β) *Abmessungen der Probestreifen* (vgl. S. 119). Mit abnehmender *Streifenlänge* wächst die Zugfestigkeit, um bei der Einspannlänge „Null“ einen Höchstwert („Nullreißlänge“, vgl. S. 307) zu erreichen. Das gleiche gilt für die Bruchdehnung. — Während die Bruchlast mit der *Streifenbreite* proportional zunimmt, ist die Bruchdehnung von der Streifenbreite praktisch unabhängig.

γ) *Versuchsdauer* (vgl. S. 119f.). Mit abnehmender Versuchsdauer erhöhen sich die Zugfestigkeitswerte, während die Dehnungswerte abnehmen. Diese

Zeitabhängigkeit muß daher berücksichtigt werden, insbesondere bei Papieren mit stark voneinander abweichender Dehnbarkeit, damit die Ergebnisse reproduzierbar und vergleichbar sind. Theoretisch einwandfrei ist dies bei Einhaltung

<sup>1</sup> Umrechnungswerte für Spinnpapiere siehe Wbl. Papierfabr. 49 (1918) 95.

<sup>2</sup> SOTOWA: Bumasnaja Promischlennost 1928 Nr. 7 S. 459. Referat Papierfabrikant 27 (1929) S. 107.

Zahlentafel 13.

Relative Luftfeuchtigkeit %	Faktor für	
	Reißlänge	Dehnung
80	1,18	0,80
75	1,11	0,87
70	1,04	0,93
60	0,97	1,08
55	0,94	1,16
50	0,92	1,25
45	0,90	1,36
40	0,88	1,47

Zahlentafel 14.

Relative Luftfeuchtigkeit %	Mittlere Koeffizienten			
	Schreibpapiere		Druckpapiere	
	Reißlänge	Dehnung	Reißlänge	Dehnung
70	1,032	0,962	1,040	0,949
75	1,054	0,899	1,069	0,808
80	1,088	0,831	1,148	0,787
85	1,111	0,770	1,196	0,730
90	1,136	0,731	1,234	0,703
95	1,180	0,677	1,284	0,592

einer bestimmten *Dehnungsgeschwindigkeit* möglich, da dann der Zeiteinfluß ausgeschaltet und somit die Dehnung nur von der Spannung abhängig ist. Indessen stellen sich dieser Arbeitsweise experimentelle Schwierigkeiten entgegen, so daß sie für die allgemeine Prüfpraxis nicht in Betracht kommt. Die Einhaltung einer gleichbleibenden *Abzugsgeschwindigkeit* der unteren Klemme, vor der Normung des Zugversuches vielfach üblich, trägt weder dem spezifischen Dehnungsverhalten der Papiere Rechnung, noch dem Umstand, daß die Zeitabhängigkeit von der Apparatekonstruktion bzw. dem angewandten Meßbereich beeinflußt wird. Ähnliches gilt auch für die Einhaltung einer gleichbleibenden *Belastungszunahme*. Aus diesen Gründen wurde bei der Normung des Zugversuchs nach DIN DVM 3412 eine bestimmte *Versuchsdauer* (vgl. S. 140) gewählt, die unabhängig von der Apparatekonstruktion und dem Meßbereich zu gleichen Ergebnissen führt<sup>1</sup>.

δ) Anzahl der Einzelversuche (s. S. 120).

### c) Einfluß des Quadratmetergewichtes.

Wie schon auf S. 129 ausgeführt wurde, ist die *Reißlänge* ein relatives, vom Quadratmetergewicht bzw. von der Dicke unabhängiges Maß für die Zugfestigkeit. Es ist jedoch zu betonen, daß die der Definition der Reißlänge zugrunde liegende Proportionalität zwischen Quadratmetergewicht und Bruchlast nur im idealen Falle mit aller Strenge zutrifft, nämlich dann, wenn bei der Papierherstellung alle Faktoren, die die Festigkeit beeinflussen, absolut konstant gehalten werden könnten. Dies ist aber weder bei der betriebsmäßigen Fabrikation noch im Laboratorium mit Blattbildungsapparaten vollständig zu verwirklichen. Vielmehr kommt es bei der Anfertigung von Papieren steigenden Quadratmetergewichtes innerhalb eines bestimmten Gewichtsbereichs zur Ausbildung eines für die Zugfestigkeit günstigsten Verfilzungsgrades, während die Festigkeitswerte bei niedrigeren und höheren Flächengewichten hinter den Werten zurückbleiben, die nach dem Proportionalitätsgesetz zu erwarten wären. Im allgemeinen werden die höchsten Reißlängenwerte zwischen den Quadratmetergewichten 50 und 100 g gefunden, wofür die in Abb. 110 dargestellten Ergebnisse einer Versuchsreihe mit

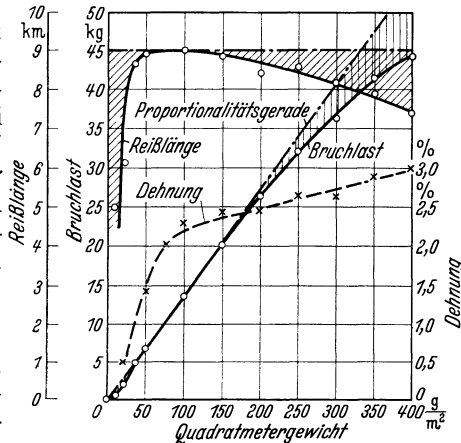


Abb. 110. Abhängigkeit der Bruchlast, Reißlänge und Dehnung vom Quadratmetergewicht (Versuchsmaterial: Sulfitzellstoff, 18° SR; Blattbildungsapparat „Rapid-Kothen“).

<sup>1</sup> KORN, R.: Papierfabrikant 36 (1938) S. 29. — BÖHRINGER, H.: Melliand Textilber. 12 (1931) S. 373. 441.

laboratoriumsmäßig hergestellten Papieren aus Sulfitzellstoff ein Beispiel bieten<sup>1</sup>. In Zahlentafel 15 sind ferner einige Zahlen enthalten, die von HERZBERG<sup>2</sup> bei der Untersuchung eines Schreib- und eines Packpapiers gefunden wurden.

Die *Bruchdehnung* nimmt mit dem Quadratmetergewicht stetig zu, eine einfache Beziehung zwischen diesen Größen besteht jedoch nicht.

Zahlentafel 15. Beziehung zwischen Quadratmetergewicht, Reißlänge und Dehnung.

Art des Papiers	Gewicht g/m <sup>2</sup>	Reißlänge in km			Dehnung in %		
		längs	quer	Mittel	längs	quer	Mittel
Schreibpapier . . .	89	4,85	3,48	4,17	2,0	3,4	2,7
	117	4,58	3,23	3,91	2,2	4,4	3,3
Packpapier . . .	55	7,23	4,13	5,68	1,4	2,8	2,1
	90	6,96	4,02	5,49	1,8	4,1	3,0
	170	6,24	4,10	5,17	1,9	5,4	3,6

d) **Zugfestigkeit und Dehnung in den beiden Hauptrichtungen des Papiers.** Maschinenpapier hat in der Richtung des Maschinenlaufes (Längsrichtung) praktisch seine größte, in der Richtung senkrecht hierzu (Querrichtung) seine geringste Festigkeit<sup>3</sup>. Dieser Unterschied findet, wie schon auf S. 102 ausgeführt wurde, seine Erklärung in der überwiegenden Lagerung der Fasern in der Richtung des Maschinenlaufes und in der Beeinflussung der Festigkeit durch die Arbeit auf der Papiermaschine. Das Verhältnis der Reißlänge quer zu längs hält sich meist in den Grenzen 60 : 100 bis 75 : 100. Es kommen jedoch auch Fälle vor, in denen die Werte wesentlich mehr, und andere, in denen sie wesentlich weniger voneinander abweichen (siehe Zahlentafel 17). Bei der Dehnung liegen die Verhältnisse umgekehrt. Die Längsrichtung hat die kleinste, die Querrichtung die größte Dehnung. Zahlentafel 16 veranschaulicht das Gesagte.

Zahlentafel 16.

Laufende Nr.	Art des Papiers	Reißlänge		Verhältnis der Quer- richtung zur Längs- richtung	Bruchdehnung		Verhältnis der Quer- richtung zur Längs- richtung
		Quer- richtung km	Längs- richtung km		Quer- richtung %	Längs- richtung %	
1	Schreibpapier . . . .	1,57	4,73	33 : 100	1,7	1,5	113 : 100
2	Schreibpapier . . . .	2,21	5,46	39 : 100	2,4	1,9	126 : 100
3	Packpapier . . . . .	3,76	9,76	39 : 100	4,6	2,1	219 : 100
4	Packpapier . . . . .	4,25	9,06	47 : 100	6,7	2,8	239 : 100
5	Konzeptpapier . . . .	3,57	7,01	51 : 100	4,1	1,4	293 : 100
6	Schreibpapier . . . . .	4,06	4,79	85 : 100	4,5	3,3	136 : 100
7	Schreibpapier . . . . .	4,22	4,80	88 : 100	3,2	2,0	160 : 100
8	Urkundenpapier . . . .	6,05	6,76	90 : 100	6,4	4,9	131 : 100
9	Schreibpapier . . . . .	4,22	4,69	90 : 100	3,0	2,0	150 : 100
10	Kanzleipapier . . . . .	4,05	4,44	91 : 100	4,6	3,2	144 : 100
11	Schreibpapier . . . . .	4,37	4,60	95 : 100	6,3	3,3	191 : 100
12	Schreibpapier . . . . .	4,11	4,17	99 : 100	4,1	2,4	171 : 100

Bei der Prüfung einiger Sorten Manilapackpapier zeigten sich noch stärkere Abweichungen<sup>4</sup>. Das Verhältnis der Festigkeitswerte ging herunter bis auf 18 : 100 und das der Dehnungswerte herauf bis zu 435 : 100. Fünf Papiere waren in der Längsrichtung rund

<sup>1</sup> Vgl. auch E. GRUND: Papierfabrikant 28 (1930) S. 329.

<sup>2</sup> HERZBERG: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1890, S. 92.

<sup>3</sup> Die Maschinenrichtung ist jedoch nicht immer genau die Richtung der höchsten Zugfestigkeit. Bei einer Anzahl von Papieren, die im Materialprüfungsamt untersucht wurden, wich z. B. die Richtung der maximalen Bruchlast um einen Winkel bis zu 10° von der Maschinenrichtung ab.

<sup>4</sup> HERZBERG: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1909, S. 172.

fünfmal so fest wie in der Querrichtung, und bei zwei Proben war die Dehnung quer zum Maschinenlauf mehr als viermal so groß wie längs. Ähnliche Verhältnisse werden auch bei Spinnpapier gefunden.

Mit Verschiedenheiten in der Festigkeit und Dehnung ist ferner zu rechnen bei Streifen, die an den beiden Seiten und aus der Mitte der Papierbahn entnommen sind. SCHUBERT fand, daß die Mittelbahn etwas größere Festigkeit besitzt als die beiden Seitenbahnen, aber geringere Dehnung als diese<sup>1</sup>. Diese Beobachtungen haben FOTIEFF<sup>2</sup> bei der Untersuchung von 10 Papieren, teils aus Holzzellstoff allein, teils unter Zusatz von Holzschliff auf verschiedenen Maschinen hergestellt, sowie BRECHT, MICHAELIS und SCHRÖTER<sup>3</sup> bei der Untersuchung von Spinnpapieren bestätigt.

Auch bei *geschöpftem Papier* (Handpapier, Büttenpapier) treten, wenn auch nicht in dem Maße wie bei Maschinenpapier, Verschiedenheiten in der Festigkeit und Dehnung in verschiedenen Richtungen auf<sup>4</sup> (vgl. Zahlentafel 17).

Zahlentafel 17.

Laufende Nr.	Art des Papiers	Reißlänge		Verhältnis der schwachen zur starken Richtung	Bruchdehnung		Verhältnis der schwachen zur starken Richtung
		schwache Richtung km	starke Richtung km		Schwache Richtung %	Starke Richtung %	
1	Urkundenpapier (handgeschöpft)	3,68	4,93	74 : 100	4,6	3,8	121 : 100
2		3,81	4,97	77 : 100	4,2	3,5	120 : 100
3		4,20	5,30	79 : 100	4,4	3,9	113 : 100
4		4,28	5,45	79 : 100	5,9	4,7	125 : 100
5		3,89	4,64	84 : 100	4,4	4,2	105 : 100
6		3,26	3,63	90 : 100	4,3	3,4	126 : 100
7	Aktendeckel (handgeschöpft)	2,82	4,12	68 : 100	4,6	4,2	110 : 100
8		2,62	3,84	70 : 100	4,0	3,7	108 : 100
9		2,16	2,98	72 : 100	4,8	4,1	117 : 100
10		2,61	3,53	74 : 100	3,9	3,4	114 : 100
11		2,74	3,04	90 : 100	3,7	3,6	101 : 100
12		2,56	2,84	90 : 100	4,0	3,0	133 : 100

Die *mittlere Reißlänge* der meisten Papiere liegt zwischen 2 und 6 km. Als Beispiele seien erwähnt: *Rotationsdruck*, dessen Reißlänge sich der unteren Grenze nähert<sup>5</sup>, *mittlere Schreibpapiere* mit etwa 3 km, bessere mit etwa 4 km, *Urkundenpapiere* mit etwa 5 km und Papier aus ganz besonders festen Rohstoffen mit 6 km Reißlänge und mehr. Die höchsten bisher überhaupt festgestellten Reißlängenwerte ergaben japanische Papiere mit 10,8 km mittlerer Reißlänge (Mittel aus 14,9 km und 6,7 km)<sup>6</sup>. — An Pergamentpapieren wurden im Materialprüfungsamt mittlere Reißlängenwerte von 1,1 bis 6,1 km gefunden<sup>7</sup>.

#### e) Ausführung des Zugversuches nach DIN DVM 3412<sup>8</sup>.

*Abmessungen der Proben.* Die Proben sollen im allgemeinen 15 mm breit sein und eine freie Einspannlänge von 180 mm zulassen. Bei Pappen, die beim

<sup>1</sup> SCHUBERT: Die Praxis der Papierfabrikation, Berlin 1898, S. 220.

<sup>2</sup> FOTIEFF: Verschiedenheiten in der Festigkeit und Dehnung des Papiers in der Breite der Bahn. Wbl. Papierfabr. 41 (1910) S. 4521.

<sup>3</sup> BRECHT, W., R. MICHAELIS u. H. SCHRÖTER: Papierfabrikant 40 (1942) S. 175.

<sup>4</sup> HOYER hat schon in seinem 1882 erschienenen Werk „Das Papier“ hierauf hingewiesen; siehe ferner Papierztg. 34 (1909) S. 3634 u. Wbl. Papierfabr. 40 (1909) S. 3821.

<sup>5</sup> Vgl.: Zeitungsdruckpapiere. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt 1898, S. 87 (Ergebnisse der Prüfung von 17 Zeitungsdruckpapieren auf Festigkeit und Stoffmischung) und: Einige Versuche mit dem Mullenprüfer. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt 1922, S. 234.

<sup>6</sup> Untersuchung japanischer Papiere. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt 1888, Erg.-Heft 4, S. 3.

<sup>7</sup> HERZBERG: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1911, S. 248 u. Papierfabrikant 9 (1911) Festheft S. 23.

<sup>8</sup> Wiedergegeben mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses. Maßgebend ist die jeweils neueste Ausgabe des Normblattes im Normformat A 4, das beim Beuth-Vertrieb, G. m. b. H., Berlin SW 68, erhältlich ist. — Über die Bestimmung der *Dehnung* nach der Standardmethode der Techn. Assoc. of the Pulp and Paper Industry vgl. Paper Trade J.

Schneiden keine scharfen Ränder geben (Dachpappe u. dgl.), sind 50 mm breite Streifen bei 200 mm freier Einspannlänge zu verwenden<sup>1</sup>.

*Gerät.* Zu verwenden sind Zugfestigkeitsprüfer, die auf dem Grundsatz der Neigungswaage beruhen. Sie müssen für die gleichzeitige Messung der Bruchlast und Bruchdehnung eingerichtet sein. Die Zeiger müssen beim Bruch der Proben selbsttätig stillstehen.

Die Kraftmaßstäbe sind so zu wählen, daß der angezeigte Bruchlastwert oberhalb des ersten Zehntels des Kraftmeßbereiches liegt. Der Kraftmaßstab soll mit mindestens  $\frac{1}{3}\%$  des Teilungshöchstwertes unterteilt sein.

Die Kraftanzeige darf oberhalb von  $\frac{1}{10}$  des Meßbereiches höchstens um  $\pm 1\%$  vom wahren Wert abweichen. Im ersten Zehntel des Meßbereiches darf sie höchstens einen Teilungsstrich abweichen.

*Versuchsgeschwindigkeit.* Die Zeit vom Beginn der Belastung bis zum Zerreißen der Probe soll  $20 \pm 5$  s betragen.

*Zahl der Versuche.* Zu prüfen sind mindestens je 5 aus Längs- und Querrichtung der Probefolgen entnommene Proben. Versuchsergebnisse von Proben, die an den Einspannklemmen oder an Stellen mit sichtbaren Fehlern (Knoten, Splitter) reißen, sind auszulassen. Die Versuche sind mit anderen Proben zu wiederholen.

*Berechnung der Reißlänge.* Die Reißlänge wird nach den auf S. 130 angegebenen Formeln berechnet. Die Reißlängenmittelwerte der Längs- und Querrichtung, sowie das aus diesen Zahlen gebildete Gesamtmittel werden in km angegeben und auf 2 Stellen nach dem Komma gerundet.

*Ergebnis.* Anzugeben sind die aus den Einzelergebnissen gebildeten Mittelwerte, getrennt nach Längs- und Querrichtung, sowie das Gesamtmittel für Bruchlast, Bruchdehnung und Reißlänge, und zwar:

die *Bruchlast* in kg

bei Kräften	bis	2 kg	mindestens auf	0,005 kg	genau
bei Kräften über	2 bis	5 kg	mindestens auf	0,01	kg genau
bei Kräften über	5 bis	50 kg	mindestens auf	0,1	kg genau
bei Kräften über	50 bis	100 kg	mindestens auf	0,5	kg genau
bei Kräften über	100 kg		mindestens auf	1	kg genau

die *Bruchdehnung* in % bezogen auf die Einspannlänge der Proben auf 0,2% genau,  
die *Reißlänge* in km.

Ferner sind anzugeben:

- Zahl der Einzelversuche
- Einspannlänge und Breite der Proben
- relative Luftfeuchtigkeit und Temperatur des Prüfraumes.

### 3. Die Bestimmung der Zugfestigkeit senkrecht zur Blattebene.

BRECHT und BLICKSTAD<sup>2</sup> haben ein Verfahren zur Bestimmung der Zugfestigkeit senkrecht zur Blattebene unter Verwendung des SCHOPPERSchen Zugfestig-

Bd. 102 (1936) Nr. 8, S. 132. — Über den *Zugversuch* vgl. Tappi Standard T 401 m in Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 8, S. 133. — Über die englische Standardmethode vgl. „First Report of the Paper Testing Committee“, herausgeg. von der Technical Section of the Paper Makers Association of Great Britain & Ireland, London 1937.

<sup>1</sup> Von der nach DIN DVM 3412 vorgeschriebenen Streifenbreite muß abgewichen werden, wenn das zu prüfende Papier in Form schmaler Bobinen (Telegraphenrollen, Spinnpapier usw.) vorliegt. In solchen Fällen ist auf die Abweichung von der Norm besonders hinzuweisen.

<sup>2</sup> BRECHT u. BLICKSTAD: Papierfabrikant **38** (1940) S. 50.

keitsprüfers beschrieben. Zwischen zwei runden Holzklötzchen von 20 mm Dmr. wird die Probe von ebenfalls 20 mm Dmr. festgeleimt, das Ganze nach 3stündigem Trocknen in einen Zugfestigkeitsprüfer eingespannt und die Bruchlast ermittelt. Voraussetzung für einwandfreie Ergebnisse ist, daß der Leim genügend zähflüssig ist und rasch trocknet, damit er nicht in das Innere des Blattes eindringen kann<sup>1</sup>.

In Zahlentafel 18 sind die Ergebnisse einiger von BRECHT und BLICKSTAD geprüfter Papiere, umgerechnet in Bruchspannung [kg/cm<sup>2</sup>], aufgeführt. Aus dem starken Abfall dieser Werte im Vergleich mit der Festigkeit in Längs- und

Zahlentafel 18. Die Zugfestigkeit von Papieren in den drei Hauptrichtungen (nach BRECHT und BLICKSTAD).

Papierart	Flächen- gewicht g/cm <sup>2</sup>	Dicke mm	Bruchspannung in kg/cm <sup>2</sup>				Richtung senkrecht zur Blattebene
			Langsrichtung Einspannlänge		Querrichtung Einspannlänge		
			0 cm	10 cm	0 cm	10 cm	
Löschpapier . . . . .	110	0,227	183	106	114	59	2,3
Druckpapier . . . . .	104	0,201	265	166	149	113	3,6
Zeichenpapier . . . . .	138	0,210	342	278	248	188	7,4
Verdunklungspapier . . . . .	113	0,177	541	365	233	123	3,6
Elfenbeinkarton . . . . .	330	0,322	555	432	367	253	5,8
Kraftpackpapier . . . . .	102	0,155	640	443	384	200	4,0
Spezial-Bankpost. . . . .	92	0,115	845	590	481	249	6,1
Spinnpapier . . . . .	48	0,053	835	742	318	260	7,5
Normal 2 a . . . . .	72	0,081	703	510	488	345	8,5
Pergamin . . . . .	40	0,029	1050	1090	695	600	24,0

Querrichtung, insbesondere im Vergleich mit der „Nullfestigkeit“ (Einspannlänge 0, vgl. S. 136 u. 307) wird gefolgert, daß die Fasern fast durchweg in der Ebene des Blattes liegen und nur zu einem ganz geringen Teil mit der Blattebene einen Winkel bilden. Infolgedessen dürfte die Zugfestigkeit senkrecht zur Blattebene in erster Linie vom Mahl- und Leimungsgrad des Papiers abhängen. Diese Annahme findet dadurch ihre Bestätigung, daß, wie aus Zahlentafel 18 hervorgeht, schmierig gemahlene oder stark geleimte Papiere die höchsten, rösch gemahlene die niedrigsten Werte ergeben.

#### IV. Berstwiderstand.

Im Gegensatz zur einachsigen Spannungsverteilung beim Zugversuch sind beim Berstversuch Zugspannungen hauptsächlich in zweiachsiger Verteilung wirksam, hervorgerufen durch eine senkrecht zur Papierfläche gerichtete Kraft. Diese Art der Versuchsanordnung bezweckt die Kennzeichnung des Materials bei Beanspruchungen wie sie z. B. beim Transport oder beim Stapeln von gefüllten Papiersäcken, Paketen, Kartonagen u. dgl. auftreten.

##### 1. Begriffsbestimmungen.

a) **Berstdruck und Wölbhöhe; Flächendehnung.** Wird gegen eine kreisförmig eingespannte Papierprobe ein allmählich steigender Druck ausgeübt, so wölbt sich das Papier auf, bis es unter der Einwirkung der im Papiergefüge

<sup>1</sup> Als geeignet haben sich acetongelöste Cellulosederivate mit den Handelsbezeichnungen „Cohäsan“, „Rudol“, „Atlaskitt“ u. a. erwiesen. Nur bei sehr glatten Papieren wird zur Erhöhung des Haftvermögens empfohlen, die Probe vorher mit einer sehr dünnen, schnell trocknenden Schicht Syndetikton zu bestreichen.



auftretenden Spannungen zerplatzt. Der im Augenblick des Zerreißen wirk-same Druck  $p$  [kg/cm<sup>2</sup>] wird *Berstdruck* genannt, während die Dehnbarkeit der Probe im Grad der Auswölbung zum Ausdruck kommt und als *Wölbhöhe*  $h$  [mm] gemessen wird.

Die auf die Fläche der ungedehnten Probe bezogene Flächenzunahme des gedehnten Materials wird *Flächendehnung* genannt. Unter der Annahme, daß die Auswölbung in Form einer Kugelkalotte erfolgt, gilt für die Flächendehnung ( $D$ ) folgende Formel:

$$D = \frac{h^2}{r^2} \cdot 100 \quad [\%].$$

$h$  = Wölbhöhe [cm],

$r$  = Radius der freien Prüffläche [cm].

**b) Berstfläche, relativer Berstdruck, Berstblattzahl.** Die beim Versuch gefundenen Berstdruckwerte sind vom Quadratmetergewicht des Papiers abhängig. Um die an Papieren verschiedenen Quadratmetergewichte erhaltenen Werte miteinander vergleichen zu können, sind mehrere Vorschläge zur Berechnung eines vom Quadratmetergewicht unabhängigen Berstwertes gemacht worden, denen die Annahme zugrunde liegt, daß das Ansteigen des Berstdrucks in direkter Proportionalität mit der Zunahme des Quadratmetergewichts erfolgt.

Von FENCHEL<sup>1</sup> wurde das Bestehen dieser Beziehung dadurch nachzuweisen versucht, daß er 1, 2, 4 und 8 Blätter des gleichen Papiers zusammennahm und prüfte. Der erhaltene Berstdruck war dann ungefähr proportional der Blattzahl, also bei 8 Blättern etwa 8mal so groß wie bei einem Blatt. Ein weiterer Nachweis wurde von SCHULZE<sup>2</sup> in der Weise durchgeführt, daß geschöpfte Bogen von gleichem Stoff und gleicher Mahlung aber verschiedenem Quadratmetergewicht auf Berstdruck geprüft wurden. Auch hier ergab sich eine direkte Proportionalität zwischen Quadratmetergewicht und Berstdruck.

1. Die *Berstfläche* ( $F$ ) nach BERGMAN<sup>3</sup> ist diejenige Papierfläche, deren Gewicht dem Berstdruck entspricht:

$$F = \frac{p}{G_q} \cdot 1000 \quad [\text{m}^2]; \quad (1)$$

$p$  = Berstdruck [kg/cm<sup>2</sup>],

$G_q$  = Quadratmetergewicht [g].

2. Der *relative Berstdruck* ( $p_r$ ) nach FENCHEL<sup>1</sup> ist der auf das Quadratmetergewicht von 100 g umgerechnete Berstdruckwert:

$$p_r = \frac{100 \cdot p}{G_q} \quad \left[ \frac{\text{kg}}{\text{cm}^2} \right]. \quad (2)$$

3. Unter *Berstblattzahl* ( $Z$ ) nach TESCHNER und PAWLETTA<sup>4</sup> ist diejenige Zahl von Papierblättchen gleicher Fläche zu verstehen, deren Gewicht dem Berstdruck entspricht:

$$Z = \frac{f \cdot p}{G} \cdot 1000 \quad [\text{dimensionslos}]; \quad (3)$$

$f$  = freie Prüffläche [cm<sup>2</sup>],

$p$  = Berstdruck [kg/cm<sup>2</sup>],

$G$  = Gewicht [g] eines Blattes mit der Fläche  $f$ .

**c) Berstfestigkeit, Stofffestigkeit, Stoffdehnung, Berstreißlänge.** Die beim Berstversuch in der Probe auftretenden Zugspannungen sind nicht nur von der Höhe des Druckes abhängig, der die Auswölbung bewirkt, sondern auch vom Grad der Auswölbung, d. h. von der Dehnbarkeit des Papiers. Aus diesem

<sup>1</sup> FENCHEL: Papierfabrikant **24** (1926) S. 294.

<sup>2</sup> SCHULZE, B.: Wbl. Papierfabr. **61** (1930) S. 276 u. 767.

<sup>3</sup> BERGMAN: Svensk Papp. Tidn. 1924, S. 218.

<sup>4</sup> TESCHNER u. PAWLETTA: Technol. u. Chem. der Zellst. u. Pap.Fabr. **26** (1929) S. 180.

Grunde ist der Berstdruck nur ein angenähertes Maß für die Festigkeit des Materials, so daß Papiere mit sehr verschiedener Dehnbarkeit bei genaueren Untersuchungen nicht ohne weiteres an Hand der Berstdruckwerte verglichen werden können. Wie aus der nachstehenden Gleichung (4) hervorgeht, werden nämlich bei der Prüfung von Papieren gleicher Festigkeit um so niedrigere Berstdruckwerte erhalten, je größer die Wölbhöhe ist. Ein Vergleich ist jedoch unter Heranziehung der *Berstfestigkeit* bzw. der *Stofffestigkeit*<sup>1</sup> möglich, die ein Maß für die im Augenblick des Zerplatzens in der Probe wirksamen Zugspannung darstellen:

$$K = p \frac{r^2 + h^2}{4h} \quad \left[ \frac{\text{kg}}{\text{cm}} \right]; \quad (4)$$

$K$  = Berstfestigkeit,  
 $r$  = Radius der freien Einspannfläche [cm],  
 $h$  = Wölbhöhe [cm].

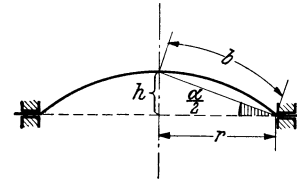


Abb. 111. Berstversuch.

Die nach der Gleichung (4) ermittelte *Berstfestigkeit*  $K$  ist auf die Fläche des *gedehnten* Materials bezogen. Durch Umrechnung auf die Fläche des *ungedehnten* Papiers wird die *Stofffestigkeit*  $K_0$  erhalten, die ihrem Sinne nach der auf die Einheit der Streifenbreite bezogenen Bruchlast beim Zugversuch entspricht:

$$K_0 = K \cdot \frac{100 + \delta_b}{100} \quad \left[ \frac{\text{kg}}{\text{cm}} \right]; \quad (5)$$

$K_0$  = Stofffestigkeit, bezogen auf die Fläche des ungedehnten Papiers,  
 $\delta_b$  = Dehnung.

Unter Dehnung ( $\delta_b$ ) [„Stoffdehnung“ nach SOMMER] ist hier die auf den Radius  $r$  der Einspannfläche bezogene Längendifferenz zwischen dem Bogen  $b$  und dem Radius  $r$  (vgl. Abb. 111) zu verstehen:

$$\delta_b = \frac{b - r}{r} \cdot 100 \quad [\%].$$

Sie wird nach DALÉN aus der Wölbhöhe  $h$  [cm] und dem Radius  $r$  [cm] der Einspannfläche berechnet<sup>2</sup>:

$$\delta_b = \frac{1}{r} \cdot \left( \frac{r^2 + h^2}{h} \cdot \frac{\pi}{360} \alpha - r \right) \cdot 100 \quad [\%] \quad (6)$$

bzw. nach der von SOMMER<sup>1</sup> vereinfachten Formel:

$$\delta_b = \left( \frac{0,01745 \cdot \alpha}{\sin \alpha} - 1 \right) \cdot 100 \quad [\%], \quad (6a)$$

wobei sich der Winkel  $\alpha$  aus:  $\text{tg} \frac{\alpha}{2} = \frac{h}{r}$  ergibt.

Von SOMMER wurde ferner ein Weg für die graphische Bestimmung der Stoffdehnung angegeben (Abb. 112). Auf einfachste Weise erfolgt die Berechnung von  $\delta_b$  und  $K_0$  mit Hilfe eines Sonderrechenstabes<sup>3</sup>.

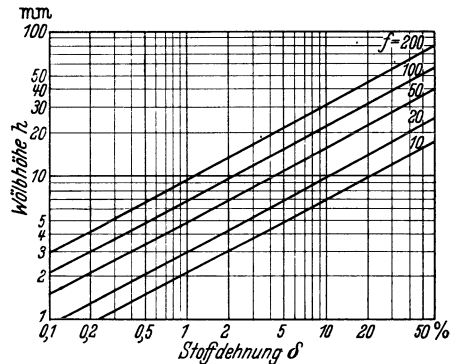


Abb. 112. Graphische Bestimmung der Stoffdehnung (nach SOMMER).

<sup>1</sup> Nach H. SOMMER: Grundlagen der Berstfestigkeitsprüfung. Melliand Textilber. 22 (1941) S. 414, 462, 516, 564.

<sup>2</sup> Die von HOUSTON [Paper Trade J. 76 (1923) 13. April] benutzte Gleichung:

$$\delta_b = \frac{1}{2r} \cdot \left[ \text{tg} \frac{h}{r} \left( \frac{r^2 \pi}{90h} + \frac{\pi h}{90} \right) - 2r \right] \cdot 100$$

führt zu demselben Ergebnis.

<sup>3</sup> SOMMER u. SCHWERDT: AWF-Mitt. 1938, Heft 1, S. 9.

Bei der Ableitung und Definition der Berstfestigkeit wird vorausgesetzt, daß dieser Wert von der Größe der Prüffläche unabhängig ist. Für ein vollkommen homogenes Material müßte dies auch der Fall sein; bei Papier nehmen jedoch  $K$  und damit auch  $K_0$  mit zunehmender Prüffläche ab (Abb. 113), ebenso wie dies für die Bruchlast beim Zugversuch zutrifft (s. S. 119 und 136). Der Grund ist auch hier darin zu suchen, daß die Wahrscheinlichkeit für das Vorhandensein schwacher Stellen mit der Größe der Prüffläche wächst. — Eine Parallele zum Zugversuch besteht ferner hinsichtlich der Abnahme der Stoffdehnung mit zunehmender Probengröße (Abb. 113 und Zahlentafel 19).

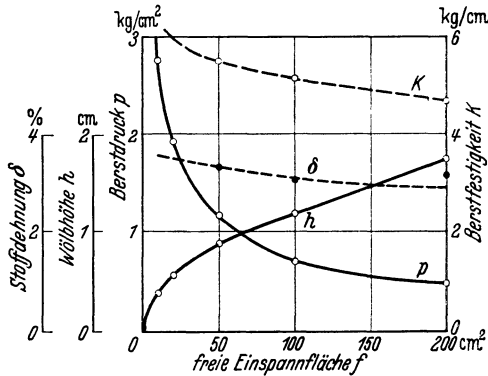


Abb. 113. Abhängigkeit des Berstdruckes und der Wölhhöhe, sowie der Berstfestigkeit und der Stoffdehnung von der Größe der freien Einspannfläche.

zunehmender Probengröße (Abb. 113 und Zahlentafel 19).

Aus dem  $K_0$ -Wert für die Stofffestigkeit wird nach SOMMER die *Berstreißlänge* ( $R_b$ ) berechnet, die ihrem Sinne nach der Reißlänge beim Zugversuch entspricht:

$$R_b = \frac{K_0}{G_q} \cdot 100 \quad [\text{km}]; \quad (7)$$

$R_b$  = Berstreißlänge,  
 $G_q$  = Quadratmetergewicht [ $\text{g}/\text{m}^2$ ].

Wie schon oben bemerkt wurde, entspricht der Wert für Stofffestigkeit seiner Definition und Dimension nach der Bruchlast, *zahlenmäßig* besteht jedoch nur eine mehr oder weniger gute Übereinstimmung, wie umfangreiche, im *Material-*

*prüfungsamt* von SCHULZE<sup>1</sup> durchgeführte Untersuchungen ergaben. Diese Unstimmigkeit dürfte hauptsächlich darauf zurückzuführen sein, daß im Gegensatz zum Zugversuch die senkrecht zur Probe wirkende Berstkraft eine zweidimensionale Spannungsverteilung und außer Zugspannungen auch Biegespannungen („Randspannungen“) hervorruft. Aus diesem Grunde ist nur eine *angenäherte* Berechnung der Bruchlast bzw. Reißlänge aus den Berstwerten möglich<sup>2</sup> [Gleichung (4), (5) und (7)]. Ähnliches gilt auch für die Frage der Übereinstimmung der Stoffdehnung  $\delta_b$  mit dem beim Zugversuch festgestellten Dehnungswert (vgl. Zahlentafel 19).

#### d) Berstarbeit.

$\alpha$ ) *Berechnung nach BURGSTALLER*<sup>3</sup>. Die von der eingespannten Probe bei *gleichbleibendem* Druck aufgenommene Arbeit ( $A$ ) ist durch das Produkt von Druck ( $p$ ) und Volumen der Auswölbung ( $v$ ) bestimmt:

$$A = p \cdot v.$$

Wenn angenommen wird, daß die Auswölbung in Form einer Kugelkalotte erfolgt (was mit praktisch genügender Annäherung zutrifft), ergibt sich für  $v$  der Ausdruck:

$$v = \pi r^2 \frac{h}{2} \left( 1 + \frac{h^2}{3r^2} \right)$$

<sup>1</sup> SCHULZE, B.: Wbl. Papierfabr. **61** (1930) S. 276 u. 767. — DALÉN hatte bei der Untersuchung von 7 ausgesucht gleichmäßigen Papieren eine befriedigende Übereinstimmung zwischen den Festigkeitswerten gefunden; hingegen betrug die Abweichungen bei den Dehnungswerten bis zu 47% (vgl. Zahlentafel 19).

<sup>2</sup> Von BERGMAN [Svensk Papp. Tidn. 1924, S. 218; vgl. auch SIEBER: Papierfabrikant **23** (1925) S. 39] wurde für eine angenäherte Umrechnung unter Einführung des Begriffes *Berstfläche* ( $F$ ) (s. S. 142) folgende Formel vorgeschlagen:

$$R = 1000 \sqrt{F}; \quad R = \text{Reißlänge [m]}.$$

Untersuchungen, die im *Materialprüfungsamt* an 29 Sackpapieren durchgeführt wurden, ergaben eine nur geringe Übereinstimmung.

<sup>3</sup> BURGSTALLER, F.: Papierfabrikant **40** (1942) S. 75 und Wbl. Papierfabrikant **73** (1942) S. 281.

Zahlentafel 19.

Prufmaterial	Zugversuch			Berstversuch						% Abweichung der			
	Bruchlast kg/cm	Deh- nung %	Reiß- länge km	Prof- fläche cm <sup>2</sup>	Berst- druck kg/cm <sup>2</sup>	Wölb- höhe mm	Stoff- festigkeit kg/cm	Stoff- dehnung %	Borst- reißlänge km	Flächen- dehnung %	Stoff- festigkeit von der Bruchlast	Stoffdehnung von der Deh- nung beim Zugversuch	Borstreißlänge von der Reiß- länge beim Zugversuch
Normal 2 a	5,34 3,71 4,53 Mittel	3,5 5,7 4,6	5,08	10 25 50 75	2,180 1,300 0,900 0,715	3,82 5,76 7,92 9,50	4,91 4,83 4,82 4,79	3,08 2,78 2,62 2,51	5,06 5,03 5,02 4,98	4,58 4,16 3,94 3,78	+ 5,1 + 3,5 + 3,8 + 3,1	- 33 - 39 - 44 - 46	- 0,4 - 1,0 - 1,2 - 2,0
Normal 3 a	4,77 2,84 3,80 Mittel	2,8 4,8 3,8	4,31	10 25 50 75	1,660 0,970 0,660 0,530	3,61 5,26 7,18 8,62	3,91 3,89 3,86 3,86	2,73 2,31 2,17 2,07	4,10 4,07 4,04 4,04	4,09 3,47 3,24 3,11	+ 0,3 + 0,3 - 0,5 - 0,5	- 29 - 40 - 42 - 45	- 4,9 - 5,6 - 6,2 - 6,2
Normal 3 b	4,13 2,48 3,31 Mittel	2,5 4,5 3,5	3,69	10 25 50 75	1,333 0,792 0,550 0,417	3,34 5,02 6,85 8,23	3,37 3,32 3,35 3,17	2,36 2,12 1,96 1,89	3,53 3,48 3,51 3,32	3,50 3,16 2,95 2,84	- 0,6 - 1,8 - 0,6 - 0,6	- 31 - 40 - 43 - 46	- 4,3 - 5,7 - 4,9 - 10,0
Packpapier 50% Manilla 50% Holz Zellstoff 115 g/m <sup>2</sup>	8,54 5,13 6,83 Mittel	2,2 4,4 3,3	6,69	10 25 50 75	2,850 1,700 1,117 0,917	3,35 5,17 7,01 8,60	7,18 6,94 6,73 6,69	2,37 2,23 2,08 2,07	6,24 6,04 5,86 5,81	3,52 3,35 3,09 2,68	+ 2,6 - 0,7 - 4,2 - 4,1	- 27 - 33 - 38 - 41	- 6,7 - 9,7 - 12,4 - 13,1
Druckpapier 8 a	3,93 2,56 3,25 Mittel	3,0 5,4 4,2	3,30	10 25 50 75	1,536 0,878 0,600 0,473	3,87 5,84 7,92 9,48	3,42 3,22 3,19 3,17	3,15 2,85 2,61 2,49	3,29 3,16 3,13 3,11	4,71 4,27 4,00 3,77	+ 1,8 - 3,7 - 4,3 - 4,9	- 24 - 33 - 38 - 41	- 0,3 - 4,2 - 5,2 - 5,8
Holz haltig Druck Holz Zellstoff 55% Holzschliff 45% 80 g/m <sup>2</sup>	2,01 1,11 1,56 Mittel	1,1 2,7 1,9	2,08	10 25 50 75	0,433 0,203 0,190 0,150	2,28 3,50 4,78 5,87	1,57 1,55 1,54 1,48	1,09 1,04 0,96 0,96	1,96 1,94 1,93 1,85	1,63 1,53 1,44 1,44	- 1,3 - 2,6 + 2,6 - 0,6	- 42 - 47 - 47 - 47	- 5,8 - 6,7 - 7,2 - 11,1
Hartpostpapier Lumpenfasern 65% Stroh Zellstoff 35% 80 g/m <sup>2</sup>	5,36 2,86 4,11 Mittel	3,5 6,9 5,2	5,78	10 25 50 75	2,172 1,203 0,843 0,645	4,10 6,02 8,46 10,10	4,59 4,29 4,26 4,09	3,25 3,01 2,99 2,82	5,74 5,36 5,33 5,11	5,28 4,54 4,49 4,27	+ 8,0 + 1,5 + 0,7 - 3,4	- 39 - 42 - 42 - 46	- 6,9 - 7,3 - 7,8 - 11,6

und für die Formänderungsarbeit:

$$A = p \cdot \pi r^2 \cdot \frac{h}{2} \left( 1 + \frac{h^2}{3 r^2} \right).$$

Die bei allmählich *steigendem* Druck (wie er bei dem üblichen Berstversuch angewendet wird) vom Prüfmaterial insgesamt aufgenommene Arbeit ist durch die Arbeitsfläche bestimmt, die von der Druck/Volumenkurve und ihrer Projektion auf die Volumenkoordinate eingeschlossen wird (Abb. 114). Die zahlenmäßige Bestimmung des Wertes für die Arbeit erfolgt durch Planimetrieren der Fläche oder auf rechnerischem Wege.

Das Verhältnis zwischen Arbeitsfläche und der Fläche des umschreibenden Rechteckes heißt Völligkeitsgrad ( $\eta$ ):

$$\eta = \frac{A}{p_b \cdot v_b};$$

$p_b$  = Berstdruck [kg/cm<sup>2</sup>],

$v_b$  = Volumen der Auswölbung im Augenblick des Berstens [cm<sup>3</sup>].

Bei einer Anzahl im Materialprüfungsamt geprüfter Papiere, Kartons und Pappen wurden für den Völligkeitsgrad Werte von 0,38 bis 0,42, im Mittel  $\sim \frac{2}{5}$  gefunden, so daß sich als *Näherungsformel* für die Berstarbeit folgende Gleichung ergibt:

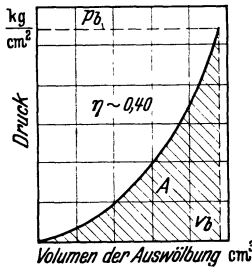


Abb. 114.  
Bestimmung der Formänderungsarbeit aus Berstdruck und Wölbhöhe nach BURGSTALLER.

$$A = \eta \cdot p_b \cdot v_b = \frac{f}{5} \cdot p_b h_b \left( 1 + \frac{h_b^2}{3 r^2} \right) \quad [\text{cm kg}], \quad (8)$$

$f = \pi r^2$  = Prüffläche [cm<sup>2</sup>],  
 $h_b$  = Berstwölbhöhe [cm].

Da das Glied  $\left( 1 + \frac{h_b^2}{3 r^2} \right)$  für Wölbhöhen unter 0,4 cm (bei  $f = 10 \text{ cm}^2$ ) bzw. unter 1,0 cm ( $f = 100 \text{ cm}^2$ ) bei überschlüssigen Berechnungen vernachlässigt werden kann, vereinfacht sich die Formel (8) weiter zu:

$$A = \frac{f}{5} p_b \cdot h_b; \quad (9)$$

daraus ergibt sich als *relativer*, auf das Quadratmetergewicht 100 g bezogener Arbeitswert:

$$A_r = \frac{20f}{G_q} p_b \cdot h_b; \quad (10)$$

$G_q$  = Quadratmetergewicht [g].

$\beta$ ) *Berechnung nach SOMMER*<sup>1</sup>. In gleicher Weise wie beim Zugversuch die Formänderungsarbeit aus Bruchlast bzw. Reißlänge und Dehnung bestimmt wird, kann die Arbeitsaufnahme beim Berstversuch aus Stofffestigkeit bzw. Berstreißlänge und Stoffdehnung berechnet werden:

$$A_b = \eta \cdot K_0 \cdot \frac{2r \delta_b}{100} \cdot \left[ \frac{\text{cm kg}}{\text{cm}} \right]; \quad (11)$$

$$A_{b_0} = \eta \cdot R_b \cdot \delta_b \quad \left[ \frac{\text{cm kg}}{\text{g}} \right]; \quad (12)$$

$\delta_b$  = Stoffdehnung [%],

$K_0$  = Stofffestigkeit [kg/cm],

$r$  = Radius der freien Prüffläche [cm],

$R_b$  = Berstreißlänge [km],

$\eta$  = Völligkeitsgrad.

<sup>1</sup> SOMMER, H.: Grundlagen der Berstfestigkeitsprüfung. Melliand Textilber. 22 (1941) S. 414, 462, 516, 564 sowie H. SOMMER u. F. BURGSTALLER: Die Bestimmung der Berstarbeit beim Berstversuch. Melliand Textilber. 23 (1942) S. 323.

Hierbei bedeutet  $A_b$  die absolut gemessene Formänderungsarbeit, bezogen auf 1 cm Streifenbreite,  $A_{b0}$  einen vom Quadratmetergewicht unabhängigen, dem Arbeitsmodul beim Zugversuch entsprechenden Wert.

Die Formänderungsarbeit und der Völligkeitsgrad werden dadurch ermittelt, daß die bei stufenweiser Belastung gefundenen Berstdruck- und Wölbhöhenwerte in die entsprechenden  $K_0$ - und  $\delta_b$ -Werte umgerechnet und als Kraftdehnungslinie aufgezeichnet werden (Abb. 115). Durch Planimetrieren der Fläche, die von dieser Kurve und ihrer Projektion auf die Dehnungskoordinate eingeschlossen ist, wird die Berstarbeit erhalten. Das Verhältnis zwischen der Arbeitsfläche und der des umschreibenden Rechteckes stellt den Völligkeitsgrad  $\eta$  dar; Untersuchungen, die im Materialprüfungsamt<sup>1</sup> an mehreren Papieren und Pappen durchgeführt wurden, ergaben für  $\eta$  Werte zwischen 0,72 bis 0,82, im Mittel 0,77.

Der Unterschied zwischen den beiden oben beschriebenen Berechnungsweisen für die Formänderungsarbeit liegt darin, daß die Berechnung nach  $\alpha$ ) einen Ausdruck für die gesamte, vom Prüfmaterial aufgenommene Formänderungsarbeit liefert, während die nach  $\beta$ ) einen Wert für diejenige Arbeit ergibt, die von einem 1 cm breiten Streifen aufgenommen wird, und zwar unter der Voraussetzung, daß in der Probe nur Zugkräfte wirksam sind. Die nach  $\beta$ ) und  $\alpha$ ) gefundenen Werte stehen zueinander in dem auch rechnerisch ableitbaren Verhältnis von etwa 1 : 12,5 bis 1 : 13,7.

## 2. Der Berstversuch.

a) **Prüfapparate.** Nach der Aufnahme der Berstdruckbestimmung in die Papierprüfung wurden zur Vervollkommnung und Vereinfachung des Verfahrens eine größere Anzahl von Apparaten entwickelt, insbesondere in den Vereinigten Staaten von Amerika, wo sie eine vielgestaltige Ausbildung erfahren haben. In den europäischen Ländern hat der Berstdruckprüfer nach SCHOPPER-DALÉN die größte Verbreitung gefunden, in Amerika und zum Teil auch in den skandinavischen Ländern der „MULLEN-Prüfer“. Näher soll deshalb nur auf diese beiden Apparate eingegangen werden. Andere Ausführungsformen sind die älteren Vorrichtungen von RHESE<sup>2</sup> und von HARRIS<sup>3</sup>, das in Verbindung mit dem Zugfestigkeitsprüfer zu benutzende *Durchdrückgerät* von SCHOPPER<sup>4</sup>, der Apparat von GÜNTHER<sup>5</sup>, sowie die amerikanischen Geräte von MORRISON, SOUTHWORTH, ASHCROFT, EDDY, Distrikt of Columbia und WARDLE<sup>6</sup>.

Die Arbeitsweise aller Apparate beruht darauf, daß die zwischen einer ringförmigen Einspannvorrichtung freibleibende Prüffläche des Papiers durch steigende Druckbelastung zerplatzt wird. Wesentliche Unterschiede bestehen nur in der Art und Weise, wie der für das Bersten erforderliche Druck erzeugt und auf das Papier übertragen wird. Bei der einen Gruppe (*Durchdrück- oder Durchstoßverfahren*) drückt ein von Federkraft getriebener Stempel gegen das Papier; zu dieser Gruppe gehören die Apparate von RHESE, HARRIS, ASHCROFT und das Durchdrückgerät von SCHOPPER. Bei der anderen Gruppe wird eine Gummimembran unter Luft- oder Flüssigkeitsdruck gegen das Papier gepreßt;

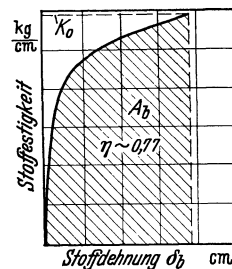


Abb. 115. Bestimmung der Formänderungsarbeit beim Berstversuch aus Stofffestigkeit und Stoffdehnung nach SOMMER.

<sup>1</sup> BURGSTALLER: Papierfabrikant **40** (1942) S. 75 und Wbl. Papierfabrikant **73** (1942) S. 281.

<sup>2</sup> Beschrieben in HERZBERG: Papierprüfung, VI. Aufl., S. 34.

<sup>3</sup> HARRIS: Papierztg. **32** (1907) S. 1750.

<sup>4</sup> Beschrieben in HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl., S. 53.

<sup>5</sup> GÜNTHER: Wbl. Papierfabr. **66** (1935) S. 955.

<sup>6</sup> Zellstoff u. Papier **19** (1939) S. 443.

hierzu zählen der Berstdruckprüfer nach SCHOPPER-DALÉN, der MULLEN-Prüfer und der GÜNTHERsche Apparat.

Es ist zu betonen, daß die mit den einzelnen Apparaten erhaltenen Ergebnisse keine Übereinstimmung zeigen und auch nicht in einem bestimmten Verhältnis zueinander stehen, selbst wenn die freie Prüffläche der Apparate dieselbe ist, da sich die verschiedenen Konstruktionseigenheiten der Einspann- und Druckvorrichtungen in komplizierter Weise auf das Ergebnis auswirken.

Ferner ist darauf hinzuweisen, daß die auf S. 141 ff. angeführten Begriffsbestimmungen und Gesetzmäßigkeiten nur für Prüfapparate Geltung haben, bei denen die eingespannte Probe über die gesamte Prüffläche hin vollkommen gleichmäßig belastet wird, wie dies für den Apparat nach SCHOPPER-DALÉN zutrifft.

**Berstdruckprüfer nach SCHOPPER-DALÉN<sup>1</sup>.** Der Apparat stellt eine Weiterentwicklung des MARTENSschen Zerplatzapparates dar und besitzt gegenüber

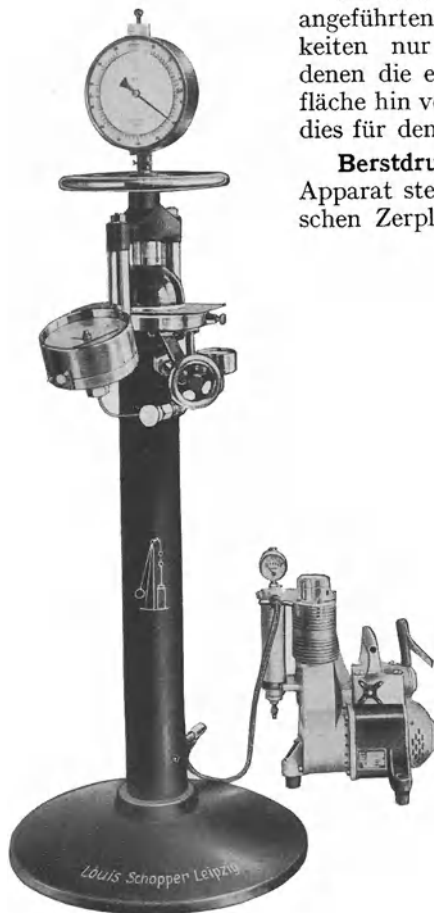


Abb. 116. Berstdruckprüfer SCHOPPER-DALÉN.

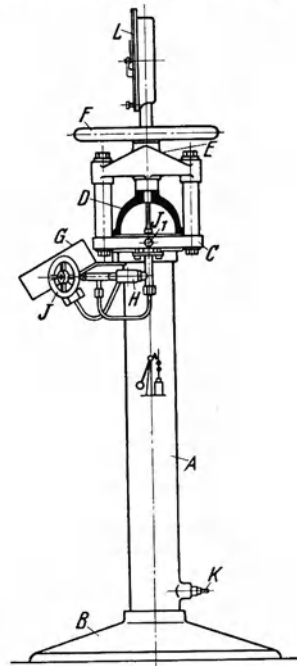


Abb. 117. Aufbau des Berstdruckprüfers SCHOPPER-DALÉN.

anderen Geräten einige wesentliche Vorzüge. Vor allem ist die zweckmäßige Gestaltung der Einspannvorrichtung zu erwähnen, die eine gleichmäßige Verteilung des Druckes auf die Probe verbürgt und damit eine rechnerisch einfache Auswertung der Versuchsergebnisse ermöglicht. Die Anwendung von Druckluft für die Kraftübertragung läßt eine feine und stoßfreie Belastungssteigerung zu, sowie, im Gegensatz zu Geräten mit Flüssigkeitsdruck, ein stets sauberes Arbeiten, z. B. wenn die Gummimembran zerplatzt, was bei der Prüfung von Pappen

<sup>1</sup> Lieferfirma Louis Schopper, Leipzig.

eintreten kann. Die kräftige Ausführung des Apparates gewährleistet eine sichere Einspannung der Probe, wodurch das beim MULLEN-Prüfer zuweilen beobachtete Gleiten vermieden wird. Eine von DALÉN angegebene Vorrichtung ermöglicht die zuverlässige Messung der Wölbhöhe. Endlich gestattet der Apparat die Verwendung verschiedener Einspannflächen ( $10\text{ cm}^2$ ,  $50\text{ cm}^2$ ,  $100\text{ cm}^2$ ; ferner  $1,2\text{ Zoll Dmr.} = 7,293\text{ cm}^2$  als „MULLEN“-Maß) in schnellem Wechsel und ebenso einen schnellen Ersatz der Gummimembran.

Der Berstdruckprüfer wird in zwei Größen geliefert, eine für  $10\text{ kg/cm}^2$  und eine für  $30\text{ kg/cm}^2$  Höchstdruck. Abb. 116 und 117 zeigen den Bau des  $10\text{ kg/cm}^2$ -Apparates.

Die in eine Grundplatte *B* eingelassene Tragsäule *A* dient zugleich als Luftbehälter; mit einer Handpumpe kann sie durch den Stutzen *K* mit Luft bis zu einem Druck von  $10\text{ atü}$  gefüllt werden. Der in der Säule vorhandene Druck kann an dem kleinen Manometer *H* abgelesen werden. Der Innenraum der Säule steht durch ein Rohr mit dem Lufteinlaßventil *J* in Verbindung, durch das die Luft am Grunde der Aufspannplatte *C* unter die Gummimembran der Einspannvorrichtung geleitet wird. Eine sichere Einspannung der Proben wird durch folgende Maßnahmen gewährleistet: Um Auffederungen zu vermeiden, sind die Wände der Einspannglocke *D* nicht durchbrochen worden. Die Glocke wird in der sicheren Führung des von 2 Säulen getragenen Spannbügels *E* durch eine Spindel mit Handrad *F* in vertikaler Richtung auf- oder abwärts bewegt. Die den gleichen Durchmesser wie die Einspannglocke aufweisende untere Auflageplatte des Apparates ruht auf einer Gummiunterlage. Diese bewirkt die gleichmäßige Verteilung des durch die Einspannglocke auf die Papierprobe ausgeübten Drucks (Abb. 118). Im Gegensatz zum MULLEN-Prüfer (s. unten) ist die Gummimembran nicht tiefer, sondern in gleicher Höhe mit der unteren Auflageplatte angebracht; eine ungleichmäßige Beanspruchung der Papierfläche von der Mitte her wird dadurch vermieden und damit auch eine von der Kugelkalotte wesentlich abweichende Form der Aufwölbung. Nach dem Bersten der Probe wird der benötigte Druck an dem mit Schleppzeiger versehenen Manometer *G* in  $\text{kg/cm}^2$  abgelesen und Manometer und Gummimembran durch das Ablaufventil *J*<sub>1</sub> entlastet.

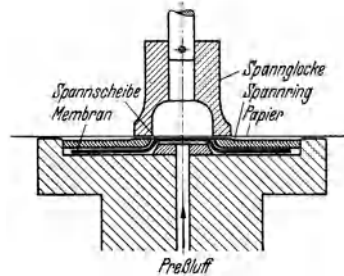


Abb. 118. Einspannvorrichtung des Berstdruckprüfers SCHOPPER-DALÉN.

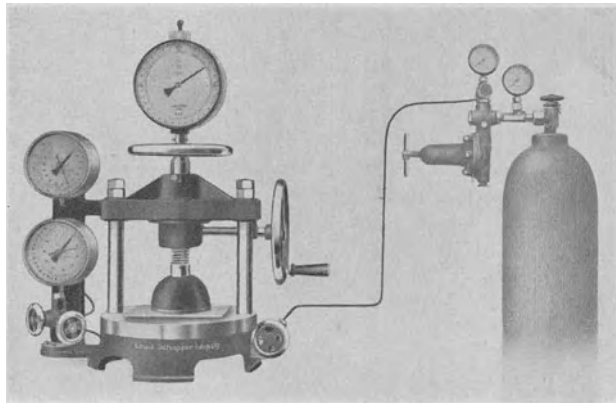


Abb. 119. Berstdruckprüfer nach SCHOPPER-DALÉN für Karton und Pappe ( $30\text{ kg/cm}^2$  Höchstdruck).

Die Vorrichtung *L* zum Messen der Wölbhöhe arbeitet in folgender Weise: Ein die Mitte der eingespannten Probe leicht berührender Taster wird bei der Aufwölbung des Papiers mit emporgehoben und betätigt durch diese Bewegung einen vor einer Skala mit einem Meßbereich von  $0$  bis  $30\text{ mm}$  angebrachten Zeiger. Dieser wird im Augenblick des Berstens dadurch arretiert, daß ein hierbei auftretender Luftstoß durch Heben einer mit der Arretiervorrichtung verbundenen Klappe die Bewegung des Zeigers zum Stillstand bringt.

Der  $30\text{ kg/cm}^2$ -Apparat (Abb. 119) ist für die Prüfung besonders fester Erzeugnisse, wie Hartpappen, Preßspan, Vulkanfaser usw. bestimmt. Er unterscheidet sich von dem oben beschriebenen durch den Wegfall der Vorratssäule für Preßluft; letztere wird aus Stahlflaschen entnommen, wobei der hohe Flaschendruck durch ein Reduzierventil nach Bedarf auf  $10$  bis  $35$  Atmosphären vermindert wird<sup>1</sup>. Ferner ist die Aufspannplatte

<sup>1</sup> Selbstverständlich kann auch der  $10\text{ kg/cm}^2$ -Apparat auf diese Weise oder mit Hilfe eines Kompressors (vgl. Abb. 116) mit Druckluft versorgt werden.



kräftiger ausgeführt und durch Anbringung eines zweiten Handrades in Verbindung mit einem Schneckengetriebe für eine unbedingt feste Einspannung der Probe gesorgt.

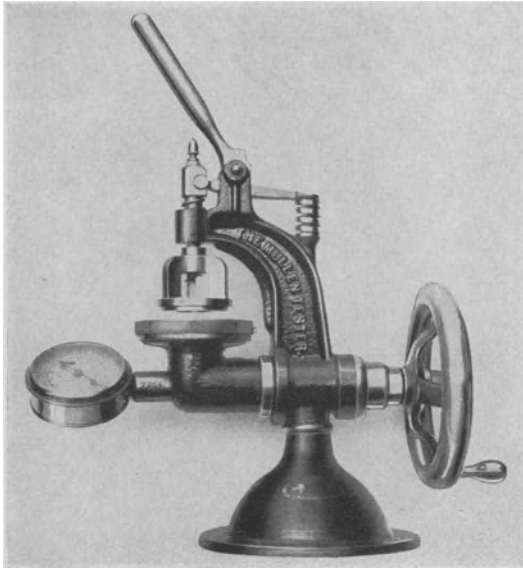


Abb. 120. MULLEN-Prüfer.

Einspannglocke freigelassene Prüffläche des MULLEN-Prüfers 1,25 Zoll = 31,75 mm Dmr. oder 1,22 Quadratzoll = 7,91 cm<sup>2</sup> Flächengröße aufweisen. Die freie Prüffläche des

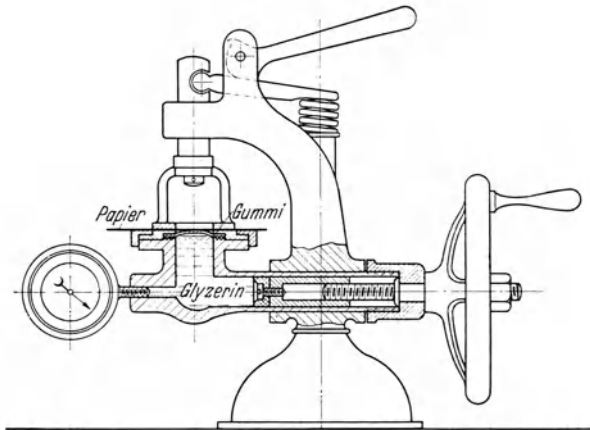


Abb. 121. Aufbau des MULLEN-Prüfers.

Einspannglocke, deren Öffnung, entsprechend der Öffnung des früher verwandten Gummiringes beim Druck der Klemmen, 1,2 Zoll = 30,48 mm im Dmr. beträgt. Die freie Einspannfläche des

**MULLEN-Prüfer<sup>1</sup>** (Abb. 120 und 121). Bei diesem Apparat erfolgt die Kraftübertragung durch Glycerin. Durch Drehen des rechts befindlichen Handrades wird ein Stempel gegen die Glycerinfüllung gepreßt, der Druck überträgt sich auf das links befindliche Manometer und auf die den Glycerinbehälter oben abschließende Gummimembran mit dem darüberliegenden fest eingespannten Papier. Die Gummimembran wird nach außen gepreßt und hierdurch die Probe zum Platzen gebracht; der erforderliche Druck wird am Manometer in kg/cm<sup>2</sup> oder in englischen Pfunden bezogen auf den Quadratzoll abgelesen<sup>2</sup>.

Nach früheren Angaben in der Literatur<sup>3</sup> sollte die von der oberen Apparates war an der oberen Einspannglocke durch einen Gummiring begrenzt, der die Papierprobe elastisch gegen die Grundplatte drückte. Beim Festspannen des Papiers verkleinerte sich der Durchmesser des Gummiringes und die für den Berstdruck maßgebenden, obengenannten Abmessungen der Einspannfläche wurden nicht erreicht. Die Verwendung des Gummiringes ließ außerdem bei festen Papieren ein Gleiten innerhalb der Einspannvorrichtung zu, was zu falschen, und zwar zu hohen Berstdruckzahlen<sup>4</sup> führte. Die genannten Übelstände veranlaßten das Bureau of Standards in Washington<sup>5</sup> zur Aufgabe des Gummiringes und zur Einführung einer

<sup>1</sup> Eine deutsche Nachkonstruktion wird von der Firma Barthel, Chemnitz, geliefert.  
<sup>2</sup> Über die Wiedergabe des Meßergebnisses in Amerika in „Punkten“ vgl. HERZBERG, Papierprüfung, VII. Aufl., S. 54 (1 Punkt = 1 Pfund/Quadratzoll).

<sup>3</sup> HOUSTON: Relationship between Breaking Strength and Bursting Strength of Paper. Paper Trade J. Bd. 76 (1923) Nr. 15, S. 233—235.

<sup>4</sup> SNYDER: A Study of the MULLEN-Paper-Tester. Paper Trade J. Bd. 85 (1927) Nr. 5, S. 55. 4. August.

<sup>5</sup> Research Paper Nr. 278.

MULLEN-Prüfers nach der Standardisierung ist also 1,13 Quadratzoll = 7,293 cm<sup>2</sup>. In dem Bestreben, die Vergleichbarkeit der mit dem ursprünglichen und dem abgeänderten MULLEN-Prüfer erhaltenen Werte nicht zu gefährden, hat das Bureau of Standards von einer entsprechenden Änderung der Grundplatte, deren Öffnung 1,24 Zoll beträgt, abgesehen.

### b) Einfluß der Versuchsbedingungen.

α) *Luftfeuchtigkeit und Temperatur* (s. S. 109). Mit steigender *Luftfeuchtigkeit* nimmt der Berstwiderstand von etwa 35% relativer Luftfeuchtigkeit an<sup>1</sup> stetig ab, die Wölbhöhe zu. Der Einfluß der *Lufttemperatur* ist im Bereich von 15 bis 25° so gering, daß er innerhalb der durch die Ungleichmäßigkeit des Papiers bedingten Versuchsfehlergrenzen bleibt ( $\pm 2\%$ ).

β) *Größe der freien Prüffläche*. Das Ergebnis des Berstversuches ist in gesetzmäßiger Weise von der Größe der freien Prüffläche abhängig, und zwar nehmen die Berstdruckwerte infolge des Einflusses des Spannungs- und Durchbiegungsmomentes mit steigender Flächengröße ab, während die Werte für Wölbhöhe und Arbeitsaufnahmevermögen zunehmen (Abb. 122). Daraus folgt, daß das Ergebnis nur definiert ist, wenn die Prüffläche bekannt ist. Da eine genaue Umrechnung der bei einer bestimmten Prüffläche gefundenen Werte auf die einer anderen Prüffläche nicht auf einfache Weise möglich ist, wurde bei dem genormten Berstversuch nach DIN DVM 3412 je eine bestimmte Prüfflächengröße für Papier und Pappe vorgeschrieben.

Die Beziehungen zwischen der Größe der Prüffläche ( $f$ ) einerseits und dem Berstdruck ( $p$ ) bzw. der Wölbhöhe ( $h$ ) und dem Arbeitsaufnahmevermögen ( $A$ ) andererseits lassen sich durch folgende Interpolationsgleichungen darstellen:

$$p = p_1 \left( \frac{f}{f_1} \right)^{-\frac{1}{m}}, \quad (13)$$

$$h = h_1 \left( \frac{f}{f_1} \right)^{\frac{1}{n}}, \quad (14)$$

$$A = \frac{f}{5} p_1 h_1 \left( \frac{f}{f_1} \right)^{\frac{m-n}{mn}}. \quad (15)$$

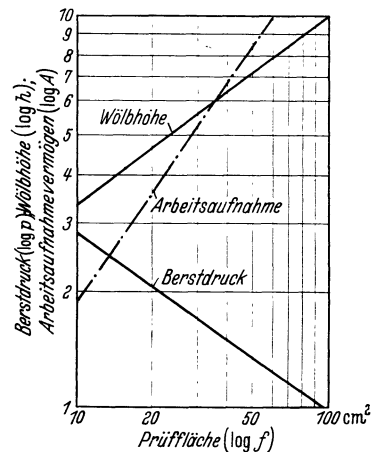


Abb. 122. Einfluß der Prüfflächengröße auf Berstdruck, Wölbhöhe und Arbeitsaufnahmevermögen.

Die Umrechnung der bei der Fläche  $f_1$  festgestellten Werte  $p_1$ ,  $h_1$  und  $A_1$  ( $= \frac{f_1}{5} p_1 h_1$ ) auf die einer beliebigen Fläche  $f$  setzt demnach die Kenntnis der Potenzexponenten  $m$  bzw.  $n$  der Exponentialgleichungen (13) bzw. (14), voraus, da sie keine für alle Papiere geltende Konstanten sind. Diese Exponenten können berechnet werden, wenn der Berstversuch unter Anwendung zweier verschiedener Prüfflächen  $f_1$  und  $f_2$  durchgeführt wird:

$$\frac{1}{m} = \frac{\log \frac{p_2}{p_1}}{\log \frac{f_2}{f_1}}; \quad \frac{1}{n} = \frac{\log \frac{h_2}{h_1}}{\log \frac{f_2}{f_1}}; \quad \frac{m-n}{mn} = \frac{\log \frac{h_2 p_2}{h_1 p_1}}{\log \frac{f_2}{f_1}}.$$

Die Interpolation kann auch auf graphischem Wege durch Einzeichnen der für die Flächen  $f_1$  und  $f_2$  ermittelten Prüfwerte in ein logarithmisches Koordinatensystem durchgeführt werden. Auf der durch Verbinden der eingezeichneten Punkte entstehenden Geraden liegen die gesuchten Werte für jede beliebige Prüffläche (Abb. 122).

Von BIERETT und SCHULZE<sup>2</sup> wurden im Materialprüfungsamt bei der Auswertung der Ergebnisse von 21 untersuchten Papieren gefunden, daß der Exponent  $m$  im allgemeinen

<sup>1</sup> HOUSTON, CARSON u. KIRKWOOD: Paper Trade J. Bd. 76 (1923) Nr. 15, S. 237—251.

<sup>2</sup> BIERETT u. SCHULZE: Wbl. Papierfabr. 61 (1930) S. 1652.

zwischen 1,6 und 1,8, im Mittel also bei 1,7 liegt<sup>1</sup>. Bei Papieren mit sehr geringem Berstdruck (weniger als 0,6 kg/cm<sup>2</sup> bei  $f = 10$  cm<sup>2</sup>) wurden jedoch wesentlich größere und kleinere Werte gefunden, offenbar wegen der hier unvermeidlich größeren Versuchsfehler. Die Berechnung des Exponenten  $n$  für weitere 7 Papiere<sup>2</sup> ergab Werte zwischen 2,10 und 2,35, im Mittel 2,21. Diese Zahlen für  $m$  und  $n$  können nur für eine angenäherte Umrechnung der Prüfergebnisse benutzt werden, wobei der Grad der Annäherung von der zufälligen Abweichung der angenommenen Exponenten von den wirklich zutreffenden abhängig ist.

$\gamma$ ) *Versuchsdauer*. In gleicher Weise wie beim Zugversuch die Bruchlast, nimmt beim Berstversuch mit zunehmender Versuchsdauer der Berstdruck ab, während die Wölbhöhe zunimmt (s. S. 120)<sup>3</sup>.

Vor Einführung des Normblattes DIN DVM 3412, das eine konstante Versuchsdauer von 20 s vorsieht, wurde im Materialprüfungsamt mit einer gleichbleibenden Belastungszunahme von 0,2 kg/s geprüft<sup>4</sup>.

$\delta$ ) *Anzahl der Einzelversuche*. Um einen brauchbaren Mittelwert zu bekommen, genügen im allgemeinen 10 Einzelversuche, und zwar je 5 von jeder Seite der Probe. Die Berücksichtigung beider Seiten ist vor allem bei der Prüfung von

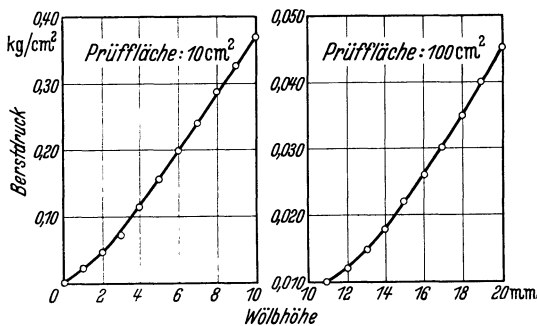


Abb. 123. Membranfehler beim Berstversuch.

Pappe erforderlich, da hierbei meistens verschiedene Werte von Sieb- und Oberseite erhalten werden.

**c) Einfluß des Quadratmetergewichtes** (s. S. 142).

**d) Membranfehler**. Da ein Teil des zum Platzen der Probe angewendeten Druckes für das Aufwölben der Gummimembran verbraucht wird, entsteht ein Fehler, der bei dicken Membranen größer ist als bei dünnen. Die Größe dieses Fehlers bei den verschiedenen

Wölbhöhen und bei den Prüfflächen von 10 und 100 cm<sup>2</sup> unter Verwendung einer Membran von 1 mm Dicke geht aus Abb. 123 hervor. Bei der Prüffläche von 100 cm<sup>2</sup> ist der Fehler so gering, daß er bei Wölbhöhen unter 10 mm kaum meßbar ist, darüber hinaus verändert er nur die zweite Dezimalstelle des Versuchsergebnisses. Größer ist er bei der Prüffläche von 10 cm<sup>2</sup>, wo er sich von einer Wölbhöhe von etwa 4 mm ab auf die erste Dezimalstelle des Ergebnisses auswirkt.

#### e) Ausführung des Berstversuches nach DIN DVM 3412<sup>5</sup>.

*Prüffläche*. Im allgemeinen sollen Papiere mit 10 cm<sup>2</sup>, Pappen mit 100 cm<sup>2</sup> Prüffläche geprüft werden. Ergibt sich bei 100 cm<sup>2</sup> Prüffläche ein Berstdruck unter 1 kg/cm<sup>2</sup>, so ist mit 10 cm<sup>2</sup> Prüffläche zu prüfen.

<sup>1</sup> Von CARSON und WORTHINGTON [Paper Trade J. Bd. 90 (1930) Nr. 14, S. 69] und von WILKE (Sonderheft 6 der Mitt. dtsh. Mat.-Prüf.-Anst. S. 6) wurde die Ansicht vertreten, daß sich die Berstdruckwerte umgekehrt wie die Durchmesser ( $d$ ) der Prüfflächen verhalten, wie dies nach der Elastizitätstheorie für kreisförmig eingespannte, gleichmäßig belastete Häute zutrifft. Der Potenzexponent  $m$  der Exponentialfunktion (13) würde in diesem Fall den konstanten Wert 2 annehmen. Nach den Untersuchungen von BIERETT und SCHULZE ist dies jedoch wegen der Inhomogenität und Anisotropie des Papiergefüges nicht der Fall (vgl. S. 101 und 118).

<sup>2</sup> Vgl. HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl., S. 61, Tabelle I.

<sup>3</sup> Vgl. SCHULZE: Wbl. Papierfabr. 61 (1930) S. 276 u. 767.

<sup>4</sup> In Amerika soll nach einem Abänderungsvorschlag zur Tappi-Standard-Methode T 403 m [Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 8, S. 131] die Versuchsdauer bis zu einem Druck von 60 lbs/inch<sup>2</sup> 2 s betragen, bei Papieren mit höherem Berstdruck ist die Versuchsdauer gleich  $\frac{\text{Berstdruck}}{30}$  [s].

<sup>5</sup> Wiedergegeben mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses. Maßgebend ist die jeweils neueste Ausgabe des Normenblattes im Normformat A 4, das beim Beuth-Vertrieb, G. m. b. H., Berlin SW 68 erhältlich ist. — Über den Berstversuch nach der Tappi-Methode (T 403 m) vgl. Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 8, S. 131. Über die Methode der Paper Makers' Assoc. of Great Britain and Ireland vgl. First Report of the Paper Testing Committee. London 1937.

*Gerät.* Verwendet wird ein Gerät, bei dem die Einspannvorrichtung so eingerichtet sein muß, daß einerseits die Prüffläche der Probe unmittelbar auf einer Gummischeibe (als Abdichtung) aufliegt, andererseits die Gummischeibe und ringförmige Fläche der Probe getrennt festgehalten werden, damit die Probe während des Versuches nicht gleiten kann. Der steigende Druck soll gleichmäßig durch die Gummischeibe auf die Prüffläche verteilt sein. Der auf das Papierblatt wirkende Druck soll von einem mit Schleppzeiger versehenen Druckmesser angezeigt werden. Der Meßbereich des Druckmessers ist so zu wählen, daß der angezeigte Berstdruck über dem ersten Fünftel des Meßbereiches liegt. Die Unterteilung des Meßbereiches soll mindestens 1 % des Teilungshöchstwertes sein. Der Druckmesser soll mit Rückschlagventil<sup>1</sup> versehen sein. Zur Beurteilung der Dehnbarkeit dient ein Wölbhöhenmesser. Die Wölbhöhe wird in mm gemessen<sup>2</sup>.

*Versuchsdauer.* Die Zeit vom Beginn der Belastung bis zum Bersten der Probe soll  $20 \pm 5$  s betragen.

*Zahl der Einzelversuche.* Zu prüfen sind mindestens 5 Proben von jeder Seite.

*Ergebnis.* Anzugeben ist der aus den Einzelergebnissen gebildete Mittelwert in  $\text{kg/cm}^2$ , erforderlichenfalls getrennt nach beiden Seiten. Die Werte sind

bis 3 $\text{kg/cm}^2$	auf mindestens 0,02 $\text{kg/cm}^2$ ,
über 3 bis 10 $\text{kg/cm}^2$	auf mindestens 0,05 $\text{kg/cm}^2$ ,
über 10 bis 30 $\text{kg/cm}^2$	auf mindestens 0,2 $\text{kg/cm}^2$ ,
über 30 $\text{kg/cm}^2$	auf mindestens 0,5 $\text{kg/cm}^2$

genau anzugeben. Vom ermittelten Berstdruck ist der durch Versuch für die betreffende Wölbhöhe bestimmte Membranfehler abzuziehen.

Ferner sind anzugeben:

Zahl der Einzelversuche,  
Größe der Prüffläche,  
relative Luftfeuchtigkeit und Temperatur des Prüfraumes.

## V. Elastizität.

**Allgemeines.** Die bei Einwirkung einer äußeren Kraft eintretende *gesamte Formänderung* des Papiergefüges setzt sich zusammen aus

einem *elastischen* Anteil, der nach Beendigung der Krafteinwirkung wieder zurückgeht, und

einem *bleibenden* (plastischen) Anteil.

Ebenso besteht die *gesamte Formänderungsarbeit* aus einer elastischen und einer bleibenden Komponente.

Für das elastische Verhalten ist das Verhältnis des elastischen Anteils der Formänderung bzw. der Formänderungsarbeit zur gesamten Verformung bzw. zur gesamten Formänderungsarbeit kennzeichnend. Es ist außer von der Beschaffenheit des Materials (Stoffzusammensetzung, Mahlung usw.) von seinem *Quellungs-zustand* (Feuchtigkeitsgehalt), von der *Intensität der Beanspruchung* und von der *Dauer der Krafteinwirkung* abhängig.

a) Mit steigendem Feuchtigkeitsgehalt (zunehmender Luftfeuchtigkeit) vergrößert sich der bleibende Anteil der Formänderung, da die Einzelfaser und infolge der abnehmenden Reibung auch das Fasergefüge plastischer wird.

b) Bei geringer Belastung ist der elastische Anteil an der gesamten Verformung hoch, mit zunehmender Belastung wird er immer kleiner; es ist jedoch anzunehmen, daß auch bei Erreichung der Festigkeitsgrenze noch ein bestimmter Anteil der dem Bruch unmittelbar vorausgehenden gesamten Formänderung

<sup>1</sup> Zum Schutz des Manometers bei plötzlicher Entlastung (Zerreißen der Gummimembran).

<sup>2</sup> Diesen Vorschriften entspricht der Berstdruckprüfer SCHOPPER-DALÉN.

elastischer Natur ist; er kann durch graphische Extrapolation angenähert bestimmt werden (Abb. 124 und 125).

c) Bei Beginn der Krafteinwirkung verläuft die Verformung sehr schnell, bei fortschreitender Einwirkungsdauer nähert sich die Formänderungsgeschwindigkeit dem Wert Null, wobei sich ein Gleichgewicht einstellt, sofern die Belastung nicht zu nahe an der Festigkeitsgrenze liegt. Der rückläufige Vorgang bei der Entlastung ist ebenfalls durch einen schnell verlaufenden und einen anschließenden langsam ablaufenden

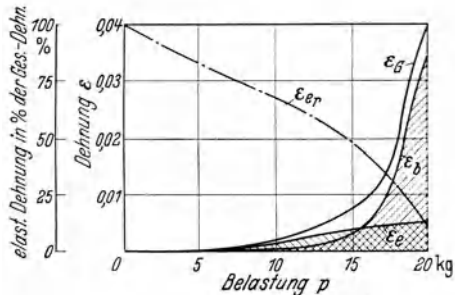


Abb. 124.

Abb. 124. Elastische und bleibende Dehnung beim Zugversuch.  $\epsilon_g$  Gesamtdehnung;  $\epsilon_e$  elastische Dehnung;  $\epsilon_b$  bleibende Dehnung;  $\epsilon_{er}$  elastische Dehnung in % der Gesamtdehnung.

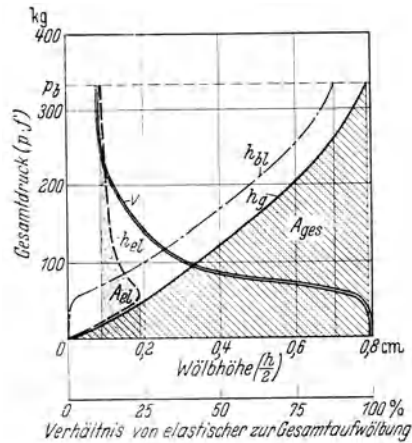


Abb. 125.

Abb. 125. Elastische und bleibende (plastische) Formänderung beim Berstversuch (Preßspan, 0,5 mm Dicke).  $h_g$  gesamte,  $h_{el}$  elastische,  $h_{pl}$  bleibende Aufwölbung;  $v$  Verhältnis von elastischer zu gesamter Aufwölbung;  $A_{ges}$  gesamte,  $A_{el}$  elastische Formänderungsarbeit;  $p$  Berstdruck [ $\text{kg/cm}^2$ ];  $f$  Prüffläche [ $\text{cm}^2$ ].

fenden Teil gekennzeichnet, der eine allmähliche Annäherung an den durch die bleibende Verformung bedingten neuen Zustand darstellt<sup>1</sup> (Abb. 126).

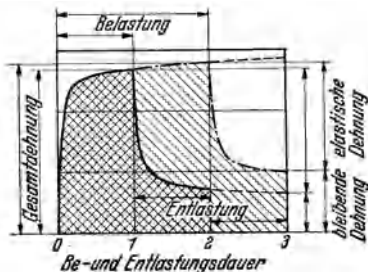


Abb. 126. Zeitabhängigkeit der Dehnungsvorgänge (schematisch).

Für die Bestimmung des elastischen Verhaltens bei den einzelnen Beanspruchungsarten können alle mechanischen Prüfverfahren angewendet werden, die eine Messung der Formänderungsgröße in Abhängigkeit vom Grad der Beanspruchung zulassen, vor allem aber der Zugversuch und der Berstversuch. Außerdem wurde zur Feststellung der Elastizität bei dynamischer (Schlag-) Beanspruchung ein besonderes Gerät vorgeschlagen, der SCHOPPERSche Elastizitätsprüfer<sup>2</sup>.

1. **Zugelastizität**<sup>3</sup>. Die Messung kann mit den üblichen Zugfestigkeitsprüfern bei ausgeschalteter Sperrklinke erfolgen. Da die Dehnung von Papier im allgemeinen gering ist, ist es jedoch vorteilhaft, Apparate zu benutzen, die eine möglichst

<sup>1</sup> Dieser langsam verlaufende Teil wird als „elastische Nachwirkung“ bezeichnet.

<sup>2</sup> Andere Verfahren: MANDL prüft die Elastizität von Zigarettenmundstückpapier nach folgender Arbeitsweise: Ein Streifen Papier von bestimmter Länge wird auf einen drehbar gelagerten Dorn fest aufgewickelt. Der Streifen wird an seinem nichtaufgewickelten Teil festgehalten. Die unvollkommene Rückdrehung bei seiner Freigabe dient als Maßstab für die Elastizität des Papiers. Österr. Zentralbl. f. d. Papierindustrie 49 (1931) S. 115; Ref. Papierztg. 56 (1931) S. 802. Siehe auch SCHACHT: Papierztg. 50 (1925) S. 3941.

<sup>3</sup> Die ersten Messungen der Zugelastizität wurden von HARTIG mit einem REUSCHSchen Zugfestigkeitsprüfer mit automatischer Diagrammaufzeichnung ausgeführt [Papierztg. 7 (1882) S. 598].

große Einspannlänge (z. B. 500 mm) zulassen. Die Probestreifen werden stufenweise ansteigend belastet und nach Erreichung jeder Belastungsstufe wieder

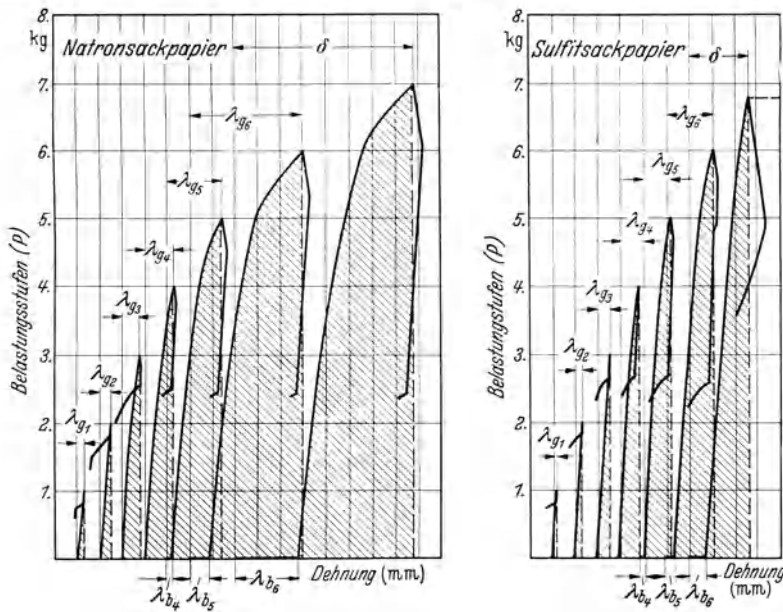


Abb. 127. Kraft-Dehnungslinien bei der Bestimmung der Zugelastizität von Natron- und Sulfitsackpapier (Querrichtung, Einspannlänge der Versuchsstreifen: 500 mm). (Nach BURGSTALLER.)  $\lambda_{g1}$  bis  $\lambda_{g6}$  Gesamtdehnungen bei den Belastungsstufen 1 bis 6;  $\lambda_{b4}$  bis  $\lambda_{b6}$  bleibender Anteil der Gesamtdehnung bei den Belastungsstufen 4 bis 6 (die bleibende Dehnung nach den Belastungsstufen 1 bis 3 ist so gering, daß sie hier nicht in Erscheinung tritt);  $\delta$  Bruchdehnung.

entspannt. Aus dem dabei entstehenden Diagramm ist für jede Belastungsstufe die Bestimmung der dazugehörigen gesamten und bleibenden Dehnung sowie als Differenz die der elastischen Dehnung möglich (Abb. 127). Durch Auftragen der elastischen Dehnung über der zugeordneten Gesamtdehnung wird die *Elastizitätsschaulinie* (Elastizitätslinie) erhalten, die ein Bild vom Dehnungsverhalten des geprüften Papiers vermittelt. In Abb. 128 sind die Elastizitätsschaulinien von je einem Natron- und Sulfitsackpapier sowie von einem Preßspan einander gegenübergestellt.

Es wird bezeichnet: Das Verhältnis zwischen elastischer und gesamter Dehnung bei einer bestimmten Belastung als *Elastizitätsgrad*; das Verhältnis zwischen der von der Elastizitätsschaulinie und ihrer Projektion auf die  $\delta_{ges}$ -Koordinate eingeschlossenen Fläche und der Fläche für vollkommene Elastizität ( $\delta_{el} = \delta_{ges}$ ) als *durchschnittlicher Elastizitätsgrad*:

$$\varepsilon = \frac{F_{el}}{\frac{1}{2} \cdot (\delta_{ges})^2} \quad (1)$$

$F_{el}$  = Fläche der elastischen Dehnung.

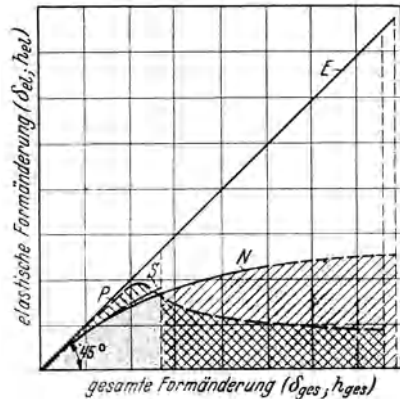


Abb. 128. Elastizitätsschaulinie. E Elastizitätslinie bei vollkommener Elastizität (elastische Formänderung = gesamte Formänderung); S Elastizitätsschaulinie von Sulfitsackpapier, N Elastizitätsschaulinie von Natronsackpapier (Zugversuch); P Elastizitätsschaulinie von Preßspan (Berstversuch);  $\delta_{ges}$  Gesamtdehnung;  $\delta_{el}$  elastische Dehnung;  $h_{ges}$  gesamte Aufwölbung;  $h_{el}$  elastische Aufwölbung.

Wegen der Zeitabhängigkeit der Dehnungsvorgänge müssen zur Sicherung der Wiederholbarkeit der Ergebnisse Belastungsdauer und Entlastungsdauer festgesetzt und konstant gehalten werden<sup>1</sup>.

Der elastische Anteil des Arbeitsaufnahmevermögens ( $A_{el}$ ) wird durch Planimetrieren der Arbeitsfläche bestimmt, die durch Auftragen der Werte für die elastische Dehnung über den entsprechenden Belastungswerten erhalten wird (Abb. 129). Das Verhältnis zwischen dem elastischen und dem gesamten Arbeitsvermögen ( $A_{ges}$ ) wird als *Wirkungsgrad des elastischen Arbeitsaufnahmevermögens* bezeichnet:

$$\eta = \frac{A_{el}}{A_{ges}} \quad (2)$$

**2. Elastisches Verhalten bei Beanspruchung auf Berstwiderstand.** Bei Benutzung des Berstdruckprüfers wird unter Berücksichtigung des Membranfehlers in grundsätzlich gleicher Weise verfahren wie bei der Bestimmung der Zugelastizität. Zur Kennzeichnung des elastischen Verhaltens werden bestimmt:

Der *Elastizitätsgrad* als Verhältnis der elastischen Aufwölbung ( $h_{el}$ ) zur gesamten Aufwölbung ( $h_{ges}$ ) für eine bestimmte Belastung;

der *durchschnittliche Elastizitätsgrad* als Verhältnis der Fläche unter der Elastizitätslinie zur Fläche unter der Linie für vollkommene Elastizität;

der *Wirkungsgrad der elastischen Berstarbeit* als Verhältnis der elastischen zur gesamten Formänderungsarbeit;

$$\eta = \frac{A_{el}}{A_{ges}}$$

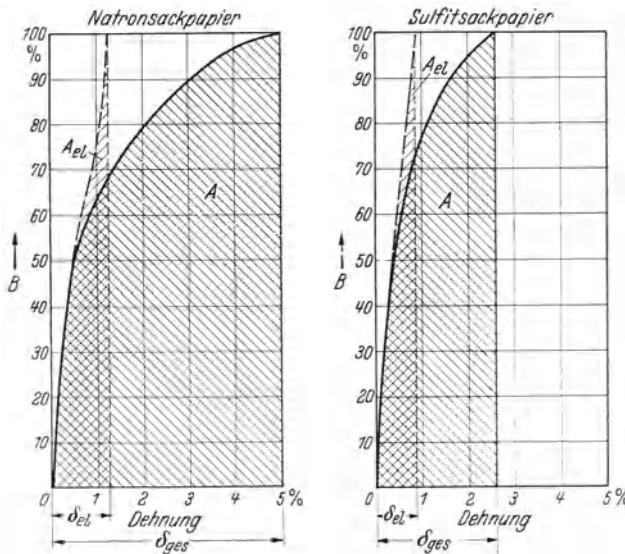


Abb. 129. Gesamtes und elastisches Arbeitsvermögen (Zugversuch).  $A$  gesamtes Arbeitsaufnahmevermögen;  $A_{el}$  elastisches Arbeitsaufnahmevermögen;  $B$  Belastung (in % der Bruchlast);  $\delta_{el}$  elastische Dehnung;  $\delta_{ges}$  Gesamtdehnung.

**3. Stoßelastizität.** Um auf einfachem Wege die Elastizität von Papier bei stoßartig wirkender Beanspruchung beurteilen zu können, ist von der Firma Louis Schopper, Leipzig, der SCHOBsche Elastizitätsprüfer für Gummi für die Papierprüfung abgeändert worden. Der Apparat arbeitet nach dem Prinzip eines Pendelhammers. Ein Pendel von bestimmtem Arbeitsinhalt wird auf die fest eingespannte Papierprobe fallen gelassen. Die Rückprallhöhe des vom Papier elastisch abgestoßenen Pendelhammers ist ein Maß für die Elastizität des Materials.

a) *Beschreibung des Apparates.* Das Prüfgerät (Abb. 130) besteht im wesentlichen aus dem Gestell  $G$ , dem Lagerarm  $L$ , dem Pendel  $P$  mit den auswechselbaren Schlagfinten  $F_1$  und  $F_2$ , der Skala  $S$ , dem Zeiger  $Z$  und den austauschbaren Einspannvorrichtungen  $E_1$  und  $E_2$  für streifenförmige Proben (15 mm Breite und 50 bzw. 100 mm Länge), sowie für kreisförmig eingespannte Proben. Für jede Einspannvorrichtung ist eine besondere Form der Schlagfinten vorgesehen. Um mit verschiedenen Fallarbeiten prüfen zu können, läßt

<sup>1</sup> Vgl. Prüfnormen für Textilien DIN DVM 3801.

sich der Arbeitsinhalt des Pendels durch zusätzliche Gewichte, die im Schwerpunkt des Pendels angebracht werden, bei Benutzung von zwei Fallhöhen  $H$  und  $\frac{H}{2}$  (24 und 12 cm) von 0,5 cmkg an um jeweils 0,2 cmkg bis 4,0 cmkg steigern<sup>1</sup>.

Beim Versuchsbeginn wird das Pendel in seine Höchstlage ( $H$  oder  $\frac{H}{2}$ ) gehoben und mit der Arretierung  $K$  festgelegt, während der Schleppzeiger in seine Nullstellung gebracht wird. Nach dem Lösen der Arretierung fällt das Pendel, trifft mit der Schlagfinne auf die eingespannte Probe und prallt je nach deren Elastizität mehr oder weniger weit zurück.

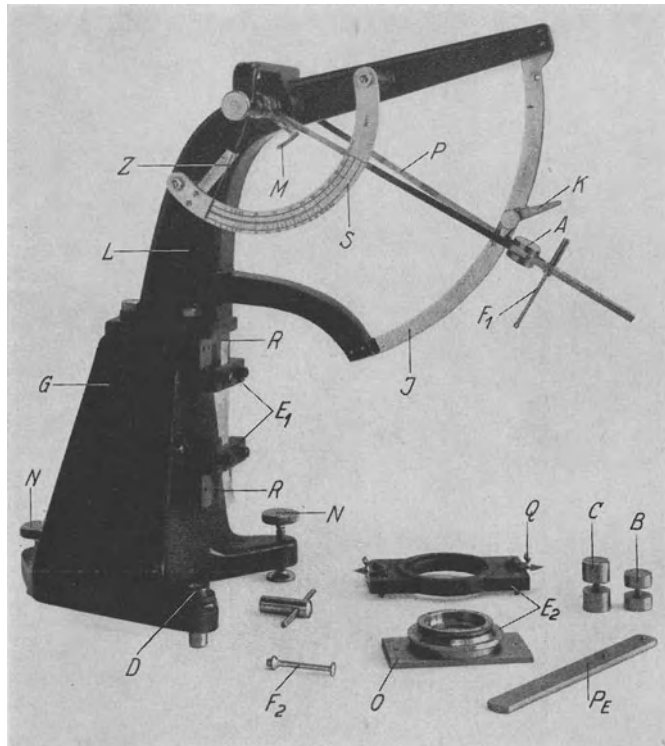


Abb. 130. SCHOPPERS Elastizitätsprüfer.  $G$  Gestell;  $L$  Lagerarm;  $P$  Pendel;  $F_1$  und  $F_2$  Schlagfinnen;  $S$  Skala;  $Z$  Schleppzeiger;  $E_1$  und  $E_2$  Einspannvorrichtungen;  $A$ ,  $B$ ,  $C$  Aufsatzgewichte;  $K$  Arretierklinke;  $J$  Kreisbogen;  $Q$  Befestigungsfeder;  $O$  und  $P_E$  Einspannchlüssel;  $M$  Mitnehmer;  $D$  Libelle;  $R$  Grundplatte für die Einspannvorrichtungen.

Der Schleppzeiger zeigt unmittelbar die rückgewonnene Arbeit in Prozenten der aufgewendeten Fallarbeit als *Wirkungsgrad*  $\eta$  der elastischen Arbeit bei Stoßbeanspruchung an.

*b) Einfluß der Versuchsbedingungen und des Quadratmetergewichtes<sup>2</sup>.*

$\alpha$ ) Stoßzahl. Wird der Schlagversuch an der gleichen Probe wiederholt, so werden erst zunehmende und vom 4. Schlag an praktisch gleichbleibende  $\eta$ -Werte gefunden. Die anfängliche Zunahme, die im allgemeinen etwa 10% des

<sup>1</sup> Bei einer älteren Ausführungsform des Elastizitätsprüfers wurde die Veränderung des Energieinhaltes des Pendels ausschließlich durch Variation der Fallhöhe bewirkt (vgl. HERZBERG, Papierprüfung, VII. Aufl., S. 48). Im *Materialprüfungsamt* durchgeführte Untersuchungen ergaben jedoch, daß bei gleicher Bewegungsenergie des Pendels die Rückprallhöhe von der Fallgeschwindigkeit in dem Sinne abhängig ist, daß mit zunehmender Geschwindigkeit, d. h. mit zunehmender Fallhöhe der elastische Wirkungsgrad abnimmt. Der Grund hierfür ist in der Zeitabhängigkeit der Formänderungsvorgänge zu suchen.

<sup>2</sup> Nach bisher nicht veröffentlichten Untersuchungen des Materialprüfungsamtes.



Anfangswertes beträgt, ist darauf zurückzuführen, daß bei den ersten Schlägen ein höherer Anteil der von der Probe aufgenommenen Energie für eine bleibende Verformung (Ausbeulung) der Auftreffstelle verbraucht wird. Für die Beurteilung ist wegen der besseren Reproduzierbarkeit der Endwert bzw. der Mittelwert des 4. bis 8. Schläges maßgebend.

β) Mit zunehmendem Energieinhalt des Pendels, also mit wachsender Stoßbeanspruchung, tritt erst eine Erhöhung und nach Überschreitung eines Maximums eine Abnahme des Wirkungsgrades  $\eta$  ein (Abb. 131).

γ) Eine Zunahme der freien Einspannlänge der Versuchsstreifen bewirkt wegen des steigenden Arbeitsaufnahmevermögens eine Abnahme der relativen Beanspruchung und damit eine Erhöhung des Wirkungsgrades  $\eta$ .

δ) Eine Erhöhung der Vorspannung der Proben hat eine Zunahme des Wirkungsgrades  $\eta$  zur Folge.

ε) Mit steigendem Quadratmetergewicht nimmt der elastische Wirkungsgrad zu, und zwar relativ um so mehr, je höher der Arbeitsinhalt des Pendels ist.

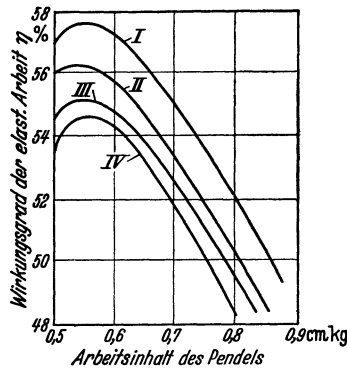


Abb. 131. Stoßelastizität. Abhängigkeit des elastischen Wirkungsgrades  $\eta$  vom Grad der Beanspruchung (Arbeitsinhalt des Pendels). Versuchsmaterial: Sackpapier (75 g/m<sup>2</sup>) (I 100% Natronzellstoff; II 90% Natron- und 10% Sulfitzellstoff; III 80% Natron- und 20% Sulfitzellstoff; IV 65% Natron- und 35% Sulfitzellstoff).

## VI. Falz- und Dauerbiegewiderstand.

**Allgemeines.** Zu den wichtigsten mechanischen Eigenschaften des Papiers zählt der Widerstand, den es dem Falzen, Biegen und Knittern entsetzt, und zwar deshalb, weil diese Beanspruchungsarten bei der Verarbeitung und insbesondere beim Gebrauch vielfach vorherrschend in Erscheinung treten. Es wird daher in den meisten Fällen für eine allgemeine Beurteilung des Gebrauchswertes die durch einen hohen Falz- und Knitterwiderstand gekennzeichnete *Geschmeidigkeit* von wesentlicherer Bedeutung sein als die sog. *Starrfestigkeit*, die in hohen Reißlängenwerten zum Ausdruck kommt.

In der Praxis wurde der Knitterwiderstand lange bevor es eine Papierprüfung in heutigen Sinne gab durch einen Handversuch, den sog. „Waschversuch“ beurteilt, wohl ein Beweis dafür, daß schon seit je ein Bedürfnis für die Bewertung dieser Papiereigenschaft vorlag.

Der Handversuch bestand darin, daß man ein Blatt Papier zunächst mehrere Male zusammenballte und dann nach dem Aufwickeln zwischen den Handballen so oft hin und herrieb, bis es löcherig wurde. Auf Grund des Verhaltens bei dieser Behandlung wurde dann das Papier in eine der „Widerstandsstufen“ eingereiht, von denen es acht gab<sup>1</sup>.

Es hat nicht an Bemühungen gefehlt, die eigenartige Beanspruchung, die das Papier bei der Handknitterung erfährt, auf mechanischem Wege hervorzurufen. Die Versuche haben jedoch zu keinem vollen Erfolg geführt. Ebenso haben sich die von KIRCHNER<sup>2</sup> und PFUHL<sup>3</sup> vorgeschlagenen Methoden nicht durchzusetzen vermocht.

Das in Anlehnung an einen älteren WINKLERSchen<sup>4</sup> Vorschlag von KIRCHNER entwickelte Verfahren besteht darin, einen Streifen des zu prüfenden Papiers unter Verwendung einer schweren Kniffrolle vorzufalzen und den durch die Kniffung eingetretenen Verlust an Zugfestigkeit zu bestimmen. Im Materialprüfungsamt durchgeführte Untersuchungen<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Vgl. HERZBERG, Papierprüfung, VI. Aufl., S. 46 ff.

<sup>2</sup> KIRCHNER: Wbl. Papierfabr. 25 (1894) Nr. 8 u. 9.

<sup>3</sup> PFUHL: Mitt. Technol. Gewerbemus. Wien 1897, S. 1.

<sup>4</sup> WINKLER: Der Papierkenner, 1887.

<sup>5</sup> Mitt. Kgl. techn. Versuchsanstalten 1899, S. 269.

ergaben, daß Unterschiede im Knitterverhalten, die der Handversuch deutlich erkennen läßt, bei Prüfung nach dem KIRCHNERSchen Verfahren nicht zum Ausdruck kommen. Ähnliches gilt auch für die „Zugbiegeprobe“ nach WELLER<sup>1</sup>.

An die Stelle des Handversuchs trat der Falzversuch mit dem von SCHOPPER gebauten Falzer, der im Jahre 1905 für die amtliche Prüfung der Normalpapiere übernommen wurde, nachdem er unter Benutzung eines Versuchsmaterials von fast 1000 Papieren einer kritischen Prüfung unterzogen worden war<sup>2</sup>. Diese ergab, daß der Apparat die Papiere im großen und ganzen in ähnlicher Weise einstuft wie der Handversuch. Inzwischen hat der Falzer, der wohl an allen Stellen Eingang gefunden hat, die sich mit der Prüfung von Papier befassen, im SCHOPPERSchen *Dauerbiegeprüfer* eine wertvolle Ergänzung gefunden. Dieser Apparat, an dessen Entwicklung DALÉN beteiligt war, ermöglicht zum Unterschied von dem ersteren die Durchführung der Biegeprüfung bei beliebig einstellbaren Zugspannungen und daher auch die Bestimmung einer auf die Zugfestigkeit bezogenen *relativen* Dauerbiegezahl. — Eine ähnliche Meßanordnung wie beim Dauerbiegeprüfer liegt dem in Amerika aufgekommenen „M.I.T.-Tester“ zugrunde<sup>3</sup>.

### 1. Falzwiderstand.

a) **Beschreibung des SCHOPPERSchen Falzapparates.** Die Wirkungsweise des SCHOPPERSchen Falzapparates beruht darauf, daß ein an beiden Enden eingespannter, unter einer bestimmten Zugkraft stehender Versuchstreifen von 15 mm Breite so oft nach beiden Seiten um nahezu 180° gefaltet wird, bis er zerreißt.

Der Fálzer (Abb. 132 bis 134) hat ein 0,5 mm dickes, zur Aufnahme des Probestreifens mit einem Schlitz versehenes Stahlblech (Schieber), das sich zwischen zwei Paaren leicht drehbarer Rollen bewegt. Die Rollenpaare sind in den Lagerstücken 12 angebracht und werden durch Klemmschrauben in bestimmter Entfernung von dem Schieberblech festgehalten; die an den Lagerstücken befindlichen Spiralfedern haben den Zweck, das genaue Einstellen der Rollenpaare zu erleichtern. Senkrecht zu dem Stahlblech befinden sich die Einspannklemmen 7, die mit ihren pyramidenförmig zugespitzten Verlängerungen in die entsprechend geformten Öffnungen der Hülsen 3 hineinragen. In diesen Hülsen befinden sich die zum Spannen des Probestreifens dienenden Schraubenfedern. Die Hülsen 3 sind in den Haltern 2 beweglich angeordnet und werden, wenn die Stifte 5 gehoben sind,

<sup>1</sup> Ein Metallstreifen von bestimmter Dicke, der mit einem rechteckigen Ausschnitt versehen ist, wird in die obere Einspannklemme eines SCHOPPER-Zugfestigkeitsprüfers so eingespannt, daß der Ausschnitt genau rechtwinklig zur Zugachse liegt. Ein 15 mm breiter Papierstreifen wird in den Ausschnitt gebracht, die beiden Enden werden nach unten zusammengelegt und miteinander in die untere Einspannklemme gespannt. Der Papierstreifen bildet eine Art Schlinge, die sich bei Zugbelastung über die im Ausschnitt des Metallstreifens befindliche, nach einem bestimmten Maß abgerundete Biegekante legt. Die Zugbelastung wird so lange gesteigert, bis der Streifen reißt.

<sup>2</sup> HERZBERG: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt, Berlin-Dahlem 1901, S. 161f. Diese Mitteilung enthält u. a. auch nähere Angaben über den Einfluß der Federspannung, der Entfernung der Rollen vom Falzblech und der Arbeitsgeschwindigkeit auf das Versuchsergebnis. — Über die günstigen Erfahrungen, die mit dem SCHOPPERSchen Falzer in den nächsten Jahren gemacht wurden, siehe die Berichte in den Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1905 u. 1907. — Ferner Papierztg. 30 (1905) S. 3870 u. 32 (1907) Nr. 27, sowie Wbl. Papierfabr. 36 (1905) Nr. 52 u. 38 (1907) Nr. 20.

<sup>3</sup> Der Apparat wurde vom *Massachusetts Institut of Technology* entwickelt und von L. W. SNYDER und F. T. CARSON nachgeprüft. Er arbeitet in der Weise, daß in zwei senkrecht übereinanderstehenden Klemmen ein Papierstreifen eingespannt und durch Schwingen der unteren Klemme um 135° nach rechts und links um die Kanten der Klemme gebogen wird. Die Kanten sind mit einem Radius von 0,3 mm abgerundet. Die Spannung des Streifens kann innerhalb der Spannkraft einer Feder geregelt werden. Die Nachprüfung erstreckte sich auf den Einfluß der Spannung, der Klemmenabrundung und der Versuchsgeschwindigkeit. Ferner wurde auch eine Anzahl Papiere mit dem „M.I.T.-Tester“ im Vergleich mit dem SCHOPPERSchen Falzer untersucht. Hierbei ergaben sich beim SCHOPPER-Falzer höhere Werte. Der Unterschied wird auf die verschiedene Behandlung des Papiers bei beiden Systemen zurückgeführt. Eine Beziehung zwischen beiden Arten konnte nicht festgestellt werden [Paper Trade J. Bd. 96 (1933) Nr. 22, S. 40].

mittels der Schraubenfedern 6 so weit gegeneinander geführt, daß die Einspannlänge richtig wird. Nach dem Einspannen des Probestreifens wird durch Herausziehen der Hülsen 3 bis zum Einschnappen der Stifte 5 dem Probestreifen eine kleine Spannung erteilt und die freie Beweglichkeit der Klemmen bewirkt. Um während des Versuches das Heruntersinken

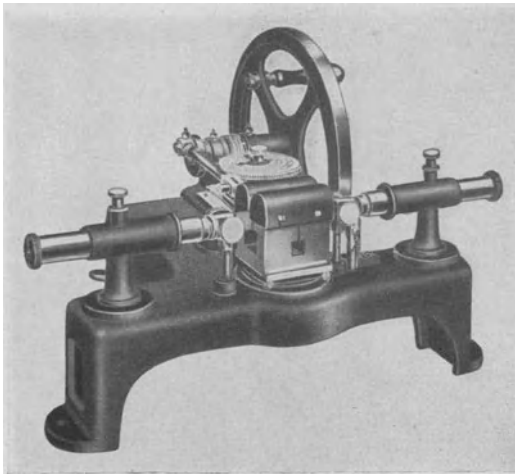


Abb. 132. SCHOPPERS Falzer.

der Klemmen zu verhindern, werden letztere durch Rollen 8 gestützt. Die Anzahl der Hin- und Herfaltungen wird vom Zählrad 18 angezeigt. Das Zählrad ist durch den Hebel 21 mit dem Drücker 20 verbunden und wird beim Reißen des Streifens durch das Zurückprallen der rechten Klemme selbsttätig ausgelöst. — Die Nullage des Schiebers für das Einspannen des Streifens ist beim Umlegen des Hebels 22 durch das Einschnappen des Hebelstiftes in ein auf dem Antriebsrad befindliches Loch gegeben. Abb. 135 zeigt die Wirkungsweise des Falzers.

Die Spannung der Federn ist so gewählt, daß ihr Höchstzug 1000 g beträgt. Papiere, die eine Bruchlast von weniger als 1000 g haben, können somit mit dem Falzer nicht geprüft werden, weil der Streifen sofort durch die Federspannung allein zerreißen würde.

Bei Einführung des Falzers in die amtliche Papierprüfung handelte

es sich zunächst lediglich darum, eine Federspannung zu wählen, die für die Prüfung der *Normalpapiere* geeignet ist; hierfür hat sich die von 1000 g als zweckmäßig und ausreichend erwiesen. Wäre man höher gegangen, so wären die Grenzen der unteren Klassen zu sehr aneinandergerückt; bei geringerer Spannung hätte man andererseits zu hohe Zahlenwerte für die oberen Klassen erhalten.

Der normale Falzer soll nur für Papiere bis zu 0,25 mm Dicke benutzt werden, da der Abstand der

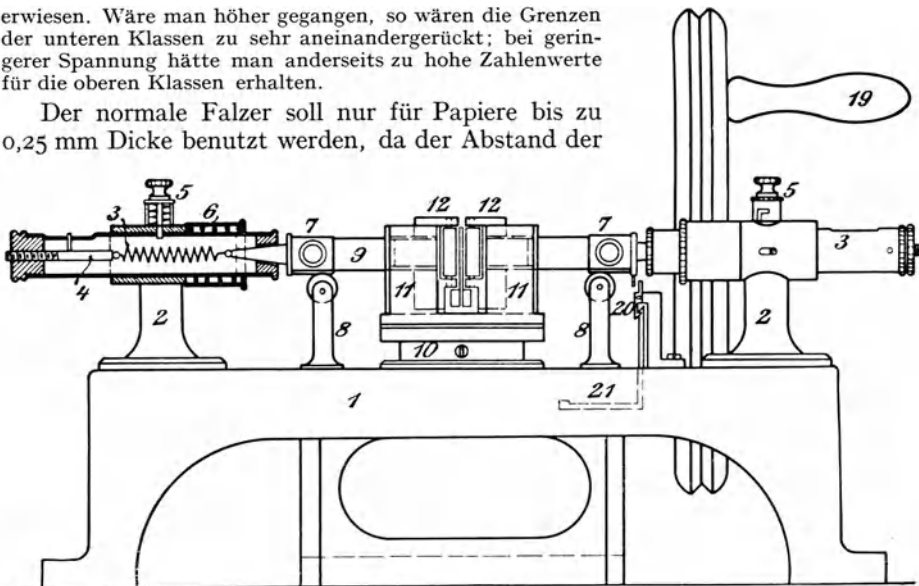


Abb. 133. Vorderansicht des SCHOPPERSchen Falzers.

Rollen vom Schieberblech nur 0,30 mm beträgt. Für stärkere Papiersorten von über 0,25 bis 1,40 mm Dicke hat die Firma Schopper einen Falzer mit größerem Rollenabstand gebaut, den sie als *Kartonfalzer* in den Handel bringt (Abstand der Rollen vom Schieberblech 2,0 mm, höchste Federspannung 1,3 kg). *Kartons* von über 1,4 mm Dicke können mit dem Falzapparat überhaupt nicht

geprüft werden, da eine zu starke Beanspruchung der wirksamen Teile erfolgen würde. — Für die Prüfung von *Seiden- und Zigarettenpapier*, die in den

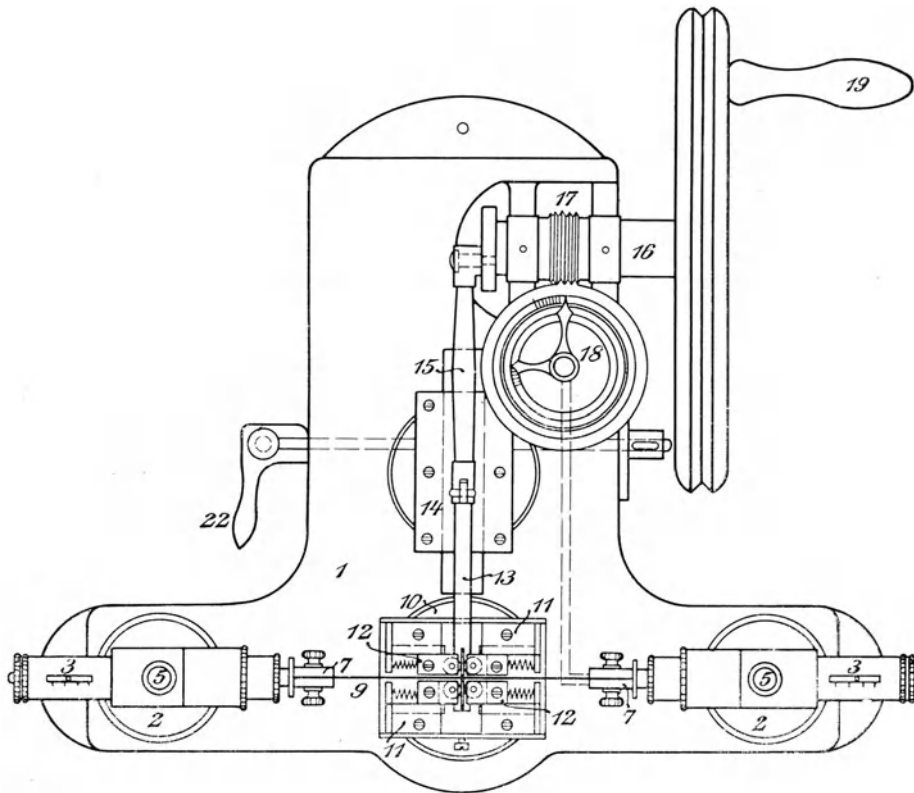


Abb. 134. Grundriß des SCHOPPERSCHEN Falzers.

meisten Fällen eine Zugbeanspruchung von 1000 g nicht aushalten, vertreibt die Firma Schopper einen Falzer (maximale Federspannung 500 g), der diesen schwachen Papiersorten angepaßt worden ist. —  
*Wegen der verschiedenen Federspannung und den Abweichungen in den Abmessungen der wirksamen Teile können die mit den drei Falzern erhaltenen Ergebnisse nicht miteinander verglichen werden.*

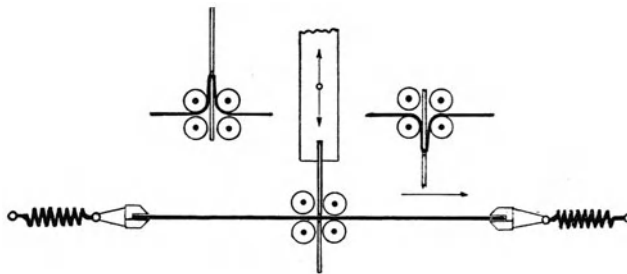


Abb. 135. Wirkungsweise des SCHOPPERSCHEN Falzers.

**b) Einfluß der Versuchsbedingungen.** Die Ergebnisse des Falzversuches sind stärker von den Versuchsbedingungen abhängig, als die der anderen Festigkeitsprüfungen.

*α) Luftfeuchtigkeit und Versuchstemperatur.* Bei den meisten Papieren nimmt der Falz widerstand mit steigender *relativer Luftfeuchtigkeit* zu (vgl. S. 109). Dabei können schon verhältnismäßig geringe Feuchtigkeitsschwankungen von 2 bis 3% deutlich in Erscheinung treten. Deshalb erfordert der Falzversuch eine

besonders genaue Einhaltung der Normalfeuchtigkeit. Ebenso wirken sich Temperaturabweichungen<sup>1</sup> (vgl. S. 110 und 111) und *Hysteresiserscheinungen* (vgl. S. 109) stärker aus als bei Festigkeitsprüfungen, die im wesentlichen auf Zugbeanspruchung beruhen<sup>2</sup>.

β) *Spezifische Zugbeanspruchung.* Die Falzwerte sind in besonderem Maße von der während des Versuches eingehaltenen spezifischen, d. h. auf die Streifenbreite bezogenen Zugbeanspruchung abhängig<sup>3</sup>. Sie steigen im Bereiche niedriger

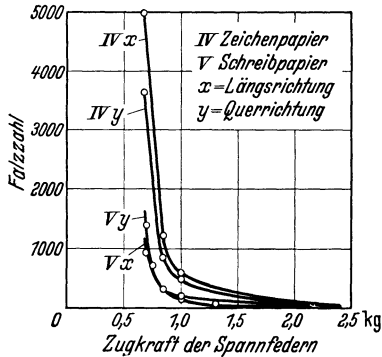


Abb. 136. Abhängigkeit der Falzzahl von der Zugkraft der Spannfedern (nach KORN und BURGSTALLER).

Spannungen mit abnehmender Zuglast sehr schnell an; bei hoher Zugbeanspruchung ist der Einfluß geringer, wie dies aus Abb. 136 hervorgeht. Aus diesem Grunde können schon kleine Abweichungen der spezifischen Zugbeanspruchung, verursacht durch Änderung der Federkraft oder der Reibungsverhältnisse, sowie durch eine geringe Abweichung von der normalen Streifenbreite zu bedeutenden Meßfehlern führen.

γ) *Abmessungen der Probestreifen.* Während das Ergebnis des Falzversuches von der Streifenlänge unabhängig ist, besteht, wie schon erwähnt, wegen des Einflusses der spezifischen Zugbeanspruchung eine starke Abhängigkeit von der Streifenbreite; beim Schneiden der Proben muß daher mit besonderer Sorgfalt verfahren

werden. Die entstehenden Fehler können je 0,5 mm Abweichung von der normalen Streifenbreite (15 mm) 15% und mehr betragen (vgl. Zahlentafel 20 und Abb. 137).

δ) *Versuchsgeschwindigkeit.* Von 80 Doppelfalzungen in der Minute an nehmen die Meßwerte mit zunehmender Versuchsgeschwindigkeit stetig ab (s. S. 120

Zahlentafel 20. Abhängigkeit der Falzzahl von der Streifenbreite.

Art des Papiers	Mittlere Falzzahlen bei den Streifenbreiten 14, 15 und 16 mm und Abweichungen der Falzzahlen von den bei 15 mm festgestellten Werten				
	14 mm		15 mm	16 mm	
	Falzzahl	Abweichung %	Falzzahl	Falzzahl	Abweichung %
Normal 8 a	25	-26,4	34	42	+23,5
Normal 3 a	61	-34,4	93	104	+11,8
Normal 2 a	245	-18,6	301	366	+21,6

u. Abb. 88), der Einfluß ist jedoch innerhalb der Grenzen, die sich z. B. aus der Abnutzung des Gummibelages auf dem Reibrad der Einrückvorrichtung ergeben können, sehr gering.

ε) *Anzahl der Einzelversuche* (vgl. auch S. 121). Die Falzwerte einer Meßreihe weisen im allgemeinen eine beträchtliche Streuung auf, wie dies angesichts der Wirkungsweise des Falzers und der Beanspruchung des Papiers nicht anders zu erwarten ist. Da die bei der Prüfung erfaßte Papierfläche nur sehr klein ist, unterliegt das Ergebnis viel stärker der Ungleichmäßigkeit des Gefüges, als bei Prüfungen mit wesentlich größerer beanspruchter Fläche; selbst bei unmittelbar nebeneinander aus einem Bogen entnommenen Streifen treten daher große Unterschiede in den Falzzahlen auf. Hinzu kommt als Eigenart der Biegebeanspruchung, daß wegen der überproportionalen Beziehung zwischen

<sup>1</sup> Es ist insbesondere auch darauf zu achten, daß nicht nur die Raumtemperatur, sondern auch die Temperatur der Metallmassen des Falzapparates den Normalwert angenommen hat, ehe mit der Prüfung begonnen wird, da sich andernfalls in dem engen Spalt, der den Versuchstreifen aufnimmt, eine vom Raumklima abweichende relative Luftfeuchtigkeit einstellt.

<sup>2</sup> Über den Falzwiderstand von absolut trockenem Papier bzw. über den Einfluß einer Wärmebehandlung auf die Falzzahl siehe S. 278 f.

<sup>3</sup> Vgl. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1901, S. 161 f.

Falzwerstand und Dicke bzw. Quadratmetergewicht (s. unten) der Einfluß der Dicken- bzw. Quadratmetergewichtsschwankungen größer ist als bei Prüfarten mit überwiegender Zugbeanspruchung. Auf diesen Umstand ist insbesondere das Auftreten einzelner ungewöhnlich niedriger oder hoher Falzwerte bei stark wolkigen Papieren zurückzuführen.

Wieviel Streifen man in jedem einzelnen Falle zum Ausgleich der Streuung aus der Längs- und Querrichtung zu prüfen hat, hängt wesentlich von der Art des Papiers ab; eine für alle Fälle gültige Zahl läßt sich nicht angeben. Je ungleichmäßiger das Papier ist, und je größer infolgedessen die Streuung der Werte ausfällt, um so mehr Einzelversuche müssen ausgeführt werden. Nach der deutschen Normmethode DIN DVM 3412 sind mindestens 10 aus jeder Richtung entnommene Streifen zu prüfen.

### c) Einfluß des Quadratmetergewichtes auf den Falzwerstand.

Der Falzwerstand nimmt zunächst mit steigendem Quadratmetergewicht zu, um nach Überschreitung eines Höchstwertes wieder abzunehmen (Abb. 138). Die Lage des Maximums der Falzzahlkurve ist für jedes Papier spezifisch und von verschiedenen Umständen abhängig, vor allem von der Stoffzusammensetzung und dem Mahlgrad des Papiers. Daraus geht hervor, daß die Beziehung zwischen Falzzahl und Quadratmetergewicht komplizierter Natur ist, so daß keine Möglichkeit für die Ermittlung eines relativen, auf das Quadratmetergewicht bezogenen Falzwertes auf einfache, allgemeingültige Weise besteht<sup>1</sup>.

Die besondere Form der Kurven ist auf zwei gleichzeitig zur Geltung kommende, einander entgegenwirkende Einflüsse zurückzuführen. Einerseits besteht nämlich mit steigendem Quadratmetergewicht die Tendenz zu einer stetigen Zunahme des Falzwerstandes, die in der wachsenden absoluten Zugfestigkeit (d. h. in der bei konstanter Federkraft abnehmenden spezifischen Zugbeanspruchung) ihre Ursache hat. Andererseits nimmt mit der Dicke, die bei gleichbleibendem Raumgewicht dem Quadratmetergewicht proportional ist, die Dehnung und Stauchung der auf Biegung beanspruchten Zone zu; dies hätte bei gleichbleibender spezifischer Zugbeanspruchung eine stetige Verringerung des Falzwerstandes zur Folge, während sich dieser Umstand bei konstanter Zuglast darin äußert, daß er der oben beschriebenen Tendenz zur Zunahme des Falzwerstandes in immer stärkerem Maße entgegentritt, um sich schließlich als vorherrschender Einfluß durchzusetzen<sup>2</sup>.

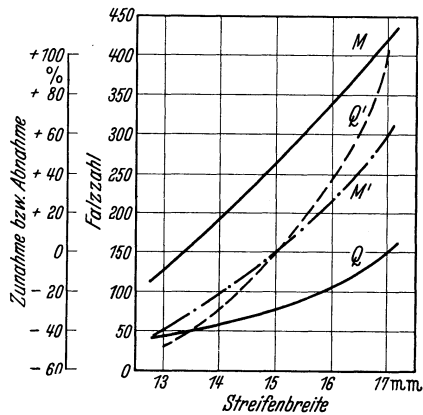


Abb. 137. Abhängigkeit der Falzzahl von der Streifenbreite (Versuchsmaterial: Sulfitzellstoffpapier, 80 g/m<sup>2</sup>). M, Q Falzzahl in der Längs- bzw. Querrichtung; M', Q' relative Änderung der Falzzahlen bei Abweichung von der Streifenbreite 15 mm.

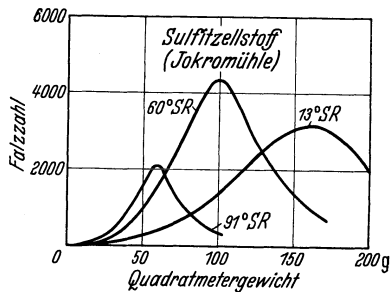


Abb. 138. Abhängigkeit der Falzzahl vom Quadratmetergewicht.

<sup>1</sup> Die Frage der Abhängigkeit der Falzzahl vom Quadratmetergewicht als Voraussetzung für die Einführung einer relativen Falzzahl ist wiederholt erörtert worden, so von HOFFMANN-JACOBSEN [Papierfabrikant 23 (1925) S. 573] und KIENZL [Papierfabrikant 25 (1927) S. 596].

<sup>2</sup> Von HAURY [Wbl. Papierfabr. 66 (1935) S. 512] wird die Ausbildung des Maximums mit den Besonderheiten des Stoffauflaufes bei der Maschinenarbeit in Zusammenhang gebracht. Dieser Erklärung steht die Erfahrung entgegen, daß die Falzzahlen von laboratoriumsmäßig hergestellten Blättern verschiedenen Quadratmetergewichtes der gleichen Gesetzmäßigkeit unterworfen sind wie Maschinenpapier.

d) Durchführung des Falzversuches nach DIN DVM 3412<sup>1</sup>.

## α) Abmessungen der Probestreifen:

	Papier- und Seidenpapierfalzer	Kartonfalzer
Länge . . . .	90 mm	140 mm
Breite . . . .	15 mm	15 mm

β) Das zu verwendende Gerät muß in seinen wirksamen Teilen die gleichen Abmessungen haben wie der SCHOPPERSche Falzer und mit einer selbsttätig ausschaltenden Zählvorrichtung versehen sein. Papier bis 0,25 mm Dicke ist auf dem üblichen Papierfalzer bei 1 kg Zugkraft, Papier über 0,25 bis 1 mm Dicke ist auf dem Kartonfalzer bei 1,3 kg Zugkraft zu prüfen. Papiere, die eine Zugkraft von 1 kg nicht aushalten, sind auf dem Seidenpapierfalzer bei 0,5 kg Zugkraft zu prüfen.

γ) Versuchsgeschwindigkeit: 100 bis 120 Doppelfaltungen in der Minute.

δ) Anzahl der Einzelversuche: mindestens je 10 aus der Längs- und Querrichtung der Probegogen.

ε) Anzugeben sind die aus den Einzelergebnissen gebildeten Mittelwerte in Längs- und Querrichtung, sowie das Gesamtmittel. Ferner sind anzugeben:

Zahl der Einzelversuche,

Einspannlänge und Breite der Probestreifen,

Art des Gerätes,

relative Luftfeuchtigkeit und Temperatur des Prüfraums.

e) Prüfung des SCHOPPERSchen Falzers. Bei sachgemäßer Behandlung und sorgfältiger Versuchsausführung liefert der Falzer zuverlässige Ergebnisse. Erforderlich ist jedoch eine gewissenhafte Überwachung des Apparates, da schon geringe Veränderungen der wirksamen Teile, die bei starker Inanspruchnahme durch Abnutzung und durch Verschmutzung eintreten, Abweichungen der Prüfungsergebnisse zur Folge haben<sup>2</sup>. Diese Abweichungen können herrühren von geringen Veränderungen der Rollenlage, der Schieberblechabrundung, der Federspannung, des Durchmessers der Rollen, der Entfernung der Rollen eines Rollenpaares, des Hubes der Einspannklemmen und des Schiebers, sowie der Parallelität der Schlitzränder. Die Nachprüfung und die gegebenenfalls erforderliche Instandsetzung sind nicht auf einfache Weise durchzuführen; man überträgt sie am besten der Herstellerfirma<sup>3</sup>.

## 2. Dauerbiegewiderstand.

Das Bedürfnis nach einem Gerät, welches die Dauerprüfung sowohl von dünnen als auch von starken Kartons bei beliebig einstellbarer spezifischer Zugbeanspruchung erlaubt, und dessen wirksame Teile gegen mechanische Beschädigungen weniger empfindlich sind als die des Falzers, hat zur Entwicklung eines Dauerbiegeprüfers durch die Firma Schopper, Leipzig, in Zusammenarbeit mit G. DALÉN geführt<sup>4</sup>.

<sup>1</sup> Wiedergegeben mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses. Maßgebend ist die jeweils neueste Ausgabe im Normformat A 4, das beim Beuth-Vertrieb G. m. b. H., Berlin SW 68, erhältlich ist. — Über die Prüfvorschrift der Paper Makers' Assoc. of Great Britain and Ireland vgl. First Report of the Paper Testing Committee. London 1937.

<sup>2</sup> Besondere Pflege, rechtzeitige Reinigung und Überprüfung müssen die Falzer erfahren, die für die Untersuchung gestrichener Papiere verwendet werden, da hier mit einer verstärkten Verschmutzung und Abnutzung zu rechnen ist.

<sup>3</sup> Die Ergebnisse einer derartigen eingehenden Nachprüfung sind beschrieben in: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1901, S. 161f. Über die *Bestimmung der Federspannung* vgl. HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl., S. 72.

Im Staatl. Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem werden die in Gebrauch befindlichen Falzer, von denen mindestens 5 gleichzeitig benutzt werden, in bestimmten Zeitabständen nach gründlicher Reinigung mit einem nur hierfür zu verwendenden Normalfalzer bei Benutzung eines möglichst gleichmäßig gearbeiteten Papiers verglichen. Zeigen sich hierbei Abweichungen der Mittelwerte um mehr als 5%, so werden die Falzer an die Firma Schopper zur Überholung eingeschickt.

<sup>4</sup> SCHOPPER, A.: Wbl. Papierfabr. 68 (1937) S. 97 u. 119.

a) **Beschreibung und Wirkungsweise des Apparates.** An der Vorderseite eines Gehäuses (Abb. 139) befindet sich eine Kreisscheibe, die durch das Triebwerk in eine hin- und hergehende Bewegung versetzt wird. Auf der Scheibe ist die Biegeklemme angeordnet; sie besteht aus zwei Backen, die mit Hilfe einer zur Hälfte rechts-, zur anderen Hälfte linksgängigen Schraube symmetrisch zueinander bewegt werden können, so daß die Mittelebene des eingespannten Streifens mit der Drehachse der Scheibe zusammenfällt. Der Ausschlagwinkel der Biegeklemme kann, von der Mittelstellung aus gerechnet, zwischen  $5^\circ$  und  $90^\circ$  nach beiden Seiten hin eingestellt werden. Für die Klemmenbacken sind mehrere Ausführungsformen mit verschiedenen scharfen Kanten vorgesehen. Für die Prüfung von Papier werden Backen benutzt, deren Kantenabrundung einen Krümmungsradius von  $0,01$  mm hat; der Ausschlagwinkel der Biegeklemme beträgt normalerweise nach beiden

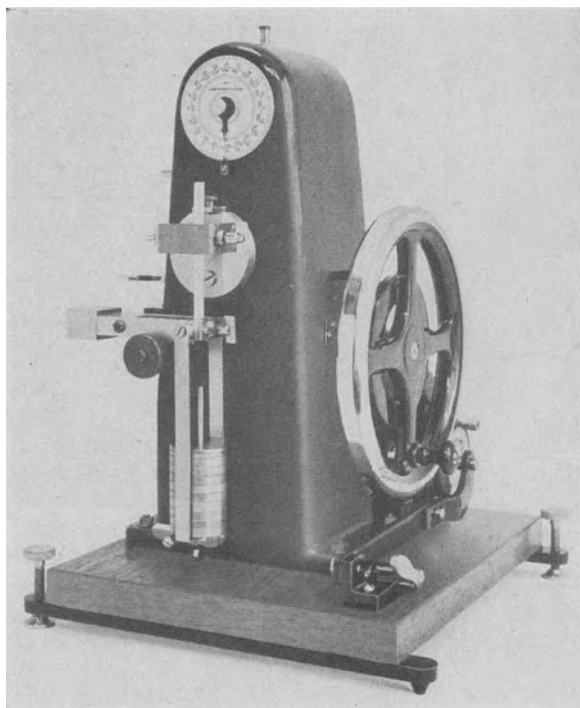


Abb. 139. SCHOPPERS Dauerbiegeprüfer.

Pendelbewegung der zweiten umgewandelt wird. Durch Stahlbänder wird diese Pendelbewegung auf die Welle übertragen, mit der die Biegeklemme verbunden ist. Wie aus Abb. 140 ersichtlich ist, sitzt die Biegeklemme auf einem in die Scheibe eingelassenen Schlitten, der durch eine Mikrometerschraube in Richtung der Achse des Probekörpers verschoben werden kann; und zwar muß die Biegeklemme um die Hälfte der Streifendicke nach oben verschoben werden, um zu erreichen, daß die Biegeachse des Streifens mit der Drehachse der Scheibe zusammenfällt und bei jeder Lage unbeweglich im Raume bleibt. Bei richtiger Einstellung führt dann der die untere Klemme tragende Waagebalken keine Schwingungen um seine Achse aus und der Streifen bleibt während des Biegeversuches in vollkommener Ruhe.

Die Einspannvorrichtung ist für eine größte Streifenbreite von 15 mm, die Versuchsgeschwindigkeit in Anlehnung an den Falzversuch auf 110 Doppelbiegungen in der Minute bemessen. Die Anzahl der Doppelbiegungen wird von einem Zählwerk angezeigt.

Um einen Einblick in die Wirkungsweise des Dauerbiegeprüfers im Vergleich mit dem Falzer zu gewinnen, sind von KORN und BURGSTALLER<sup>1</sup> Untersuchungen ausgeführt worden. Hierbei wurde festgestellt, daß die Streuung der

<sup>1</sup> Mitgeteilt in einem Vortrag von R. KORN in der Hauptversammlung 1936 des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure [Papierfabrikant **35** (1937) S. 33].

Seiten  $90^\circ$ , insgesamt also  $180^\circ$ . Die Belastungsvorrichtung, die die untere Einspannklemme trägt, stellt eine Art Balkenwaage dar, wodurch Pendeln des Probestreifens vermieden wird. Das Gewicht der unteren Klemme wird durch ein Gegengewicht

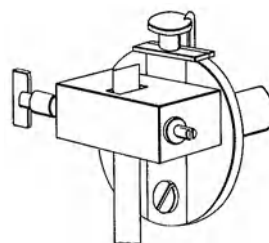


Abb. 140. Biegeklemme des SCHOPPERSchen Dauerbiegeprüfers.

ausgeglichen, so daß die Belastung des Streifens lediglich durch die aufgelegten Scheibengewichte erfolgt und innerhalb weiter Grenzen veränderlich ist. Auf der Welle des durch einen Elektromotor bewegten Antriebsrades sitzt eine Scheibe, die durch eine Kurbelstange mit einer zweiten durch geeignete Wahl der Exzentrizität derart verbunden ist, daß die Kreisbewegung der ersten in eine



Einzelwerte beim Dauerbiegeversuch ebenso groß ist, wie beim Falzversuch, und daß die bei gleicher spezifischer Zugbeanspruchung ermittelten Dauerbiegezahlen im allgemeinen niedriger sind als die Falzwerte (vgl. Zahlentafel 21). Ferner ergaben die Untersuchungen, daß zwischen den Falz- und Dauerbiegezahlen keine einfachen Beziehungen bestehen, die eine Umrechnung des Ergebnisses des einen Versuches auf die des anderen ermöglichen.

Dies findet darin eine Erklärung, daß der Krümmungsradius der Schieberblech-Abrundung beim Falzer 0,25 mm beträgt, der der Biegekanten beim Dauerbiegeprüfer jedoch nur 0,01 mm. Trotzdem sind mitunter Dauerbiegezahl und Falzzahl gleich oder wenigstens praktisch gleich. In diesen Fällen dürfte der geringere Biegewinkel (90° statt 180° nach jeder Seite beim Falzer) einen Ausgleich für die sonst schärfere Beanspruchung geschaffen haben.

Zahlentafel 21.

Versuchsmaterial	Dauerbiegeprüfer			Falzer			Verhältnis Falzzahl : Dauerbiegezahl	
	Be- lastung kg	Dauerbiegezahl		Be- lastung kg	Falzzahl		Langs- richtung	Quer- richtung
		Langs- richtung	Quer- richtung		Langs- richtung	Quer- richtung		
Seidenpapier . . .	0,50	46	11	0,50	4312	1171	93,7	106,5
Zigarettenpapier . .	0,50	76	11	0,50	1025	145	13,5	13,2
Pauspapier . . . . .	1,00	96	517	1,00	1221	2639	12,7	5,1
Zeichenpapier . . .	1,00	359	506	1,00	583	468	1,6	0,9
Schreibpapier . . . .	1,00	90	150	1,00	97	153	1,1	1,0
Natronsackpapier . .	1,00	1555	3161	1,00	2212	3195	1,4	1,0
Aktendeckel 7 b . . .	1,30	1281	2174	1,30	2842	3105	2,2	1,2
Preßspan . . . . .	1,30	4243	3956	1,30	8239	10756	1,9	2,7

**b) Einfluß der Versuchsbedingungen<sup>1</sup>.** Für die Abhängigkeit der Ergebnisse des Dauerbiegeversuches von der Luftfeuchtigkeit und der Lufttemperatur,

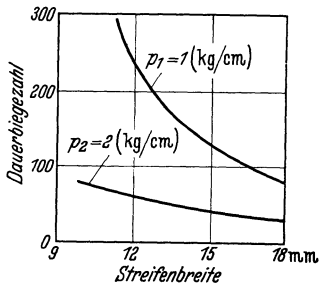


Abb. 141. Abhängigkeit des Dauerbiegewiderstandes von der Streifenbreite bei konstanter spezifischer Zugbeanspruchung  $p_1$  und  $p_2$   $\left[ \frac{\text{kg}}{\text{cm}} \right]$  (schematisch).

sowie von der Anzahl der Einzelversuche gilt grundsätzlich das gleiche wie beim Falzversuch (s. S. 161 f.). Ebenso hat eine Zunahme der Streifenbreite bei gleichbleibender Zuglast wegen der Abnahme der spezifischen Zugbeanspruchung einen starken Anstieg des Dauerbiegewiderstandes zur Folge. Wie von WERZMIRZOWSKY<sup>2</sup> bei der Untersuchung der Dauerbiegbarkeit von Textilien gefunden wurde, werden jedoch auch dann verschiedene Dauerbiegezahlen erhalten, wenn die spezifische Zugbeanspruchung konstant gehalten wird, d. h. wenn man bei doppelter oder dreifacher Streifenbreite die Zuglast verdoppelt oder verdreifacht. In diesem Falle wird bei zunehmender Streifenbreite eine Abnahme des Dauerbiegewiderstandes festgestellt (Abb. 141). — Mit abnehmender Zugbeanspruchung

steigt der Dauerbiegewiderstand stark an. In Abb. 142 ist für einige Papiere und Kartons die Abhängigkeit von der angehängten Zuglast dargestellt. Der Verlauf der Kurven kennzeichnet das Biegeverhalten der einzelnen Proben.

Trägt man nach SCHOPPER<sup>3</sup> über den verschiedenen Belastungsstufen ( $p$ ) die zugeordneten Dauerbiegezahlen ( $d$ ) in doppelt logarithmierter Form  $[\log(\log d)]$  auf, so lassen sich die erhaltenen Punkte innerhalb eines begrenzten Belastungsbereiches zu geraden Linien

<sup>1</sup> Über den Einfluß des Klemmdruckes beim Einspannen in den Biegekopf vgl. WERZMIRZOWSKY, Sorau: Zur Messung der Biegebarkeit von Textilien. Ferner: Paper Trade J.: By the Staff of the Institut of Paper Chemistry (Instrumentations Studies XXXI) Bd. 109 (1939) Nr. 5, S. 35.

<sup>2</sup> WERZMIRZOWSKY: Zur Messung der Biegebarkeit von Textilien.

<sup>3</sup> SCHOPPER: Wbl. Papierfabr. 68 (1937) S. 97 u. 119.

verbinden, wobei deren Schnittpunkten mit der Ordinatenachse in theoretischer Hinsicht eine gewisse Bedeutung zukommt. Da nämlich die Geraden für die Längs- und Querrichtung desselben Papiers sowie auch von Papieren gleichen Stoffes, die sich nur im Quadratmetergewicht unterscheiden, denselben Schnittpunkt haben, können diese von SCHOPPER

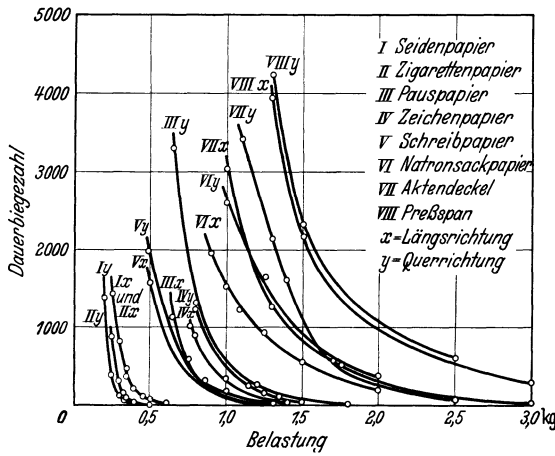


Abb. 142.

als „ideale Dauerbiegezahlen“ bezeichneten Punkte als Materialkonstanten aufgefaßt werden (Abb. 143). Dies erscheint um so berechtigter, als die „idealen Dauerbiegezahlen“ der einzelnen Stoffarten jeweils nahe beieinander liegen.

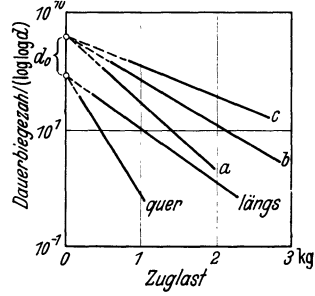


Abb. 143.

Abb. 142. Abhängigkeit des Dauerbiegewiderstandes von der Zugbeanspruchung (nach KORN und BURGSTALLER).

Abb. 143. Abhängigkeit des Dauerbiegewiderstandes von der Zugbeanspruchung (schematisch). *a, b, c* Papiere gleichen Stoffes, aber steigenden Quadratmetergewichtes; *d<sub>0</sub>* ideale Dauerbiegezahlen.

Die Funktion  $d = f(p)$  läßt sich im allgemeinen für den Bereich zwischen den Belastungsstufen  $p = \frac{P}{10}$  und  $p = \frac{3P}{10}$  durch nachstehende Gleichung angenähert darstellen:

$$\log(\log d) = -c p + \log(\log d_0); \tag{1}$$

- P* = Bruchlast,
- d* = Dauerbiegezahl,
- p* = Belastung [kg],
- c* = Richtungskonstante der Geraden,
- d<sub>0</sub>* = „ideale Dauerbiegezahl“ (Biegezahl bei der Belastung Null).

Aus der Gleichung (1) ergeben sich für die Ermittlung relativer Biegezahlen folgende Interpolationsformeln:

Für die Berechnung der Dauerbiegezahl *d*, die einer beliebigen Belastung *p* entspricht aus zwei bekannten Biegezahlen *d<sub>1</sub>* und *d<sub>2</sub>* und den dazugehörigen Belastungen *p<sub>1</sub>* und *p<sub>2</sub>*:

$$\begin{aligned} \log(\log d) &= \log(\log d_1) - c(p - p_1), \\ c &= \frac{\log(\log d_1) - \log(\log d_2)}{p_2 - p_1} \end{aligned} \tag{2}$$

und für die Bestimmung der Belastung *p*, der eine bestimmte Dauerbiegezahl *d* zugeordnet ist, aus zwei bekannten Biegezahlen *d<sub>1</sub>* und *d<sub>2</sub>* und den zugehörigen Belastungen *p<sub>1</sub>* und *p<sub>2</sub>*:

$$p = p_1 + \frac{(p_2 - p_1) \log \frac{\log d}{\log d_1}}{\log \frac{\log d_2}{\log d_1}}. \tag{3}$$

*Relative Dauerbiegezahl und Biegereißlänge.* Um das Dauerbiegeverhalten verschiedener Papiere unabhängig von ihrer Zugfestigkeit vergleichend beurteilen zu können, wird der Versuch bei einer Zuglast durchgeführt, die in einem bestimmten Verhältnis zur Bruchlast steht (z. B. 10%, 20% usw.), wobei die erhaltene Biegezahl einen Ausdruck für den relativen Dauerbiegewiderstand darstellt und als *relative Dauerbiegezahl* bezeichnet wird. Oder es

wird nach SCHOPPER<sup>1</sup> die *Biegereißlänge* bestimmt, worunter diejenige Reißlänge („Teilreißlänge“) zu verstehen ist, die der Zugbelastung entspricht, bei der der Streifen 10 Doppelbiegungen aushält.

*Bestimmung der Biegereißlänge:* Unter Anwendung der Belastungsstufen  $p_1$  und  $p_2$  werden die diesen Zuglasten zugeordneten Dauerbiegezahlen  $d_1$  und  $d_2$  ermittelt. Hierbei werden  $p_1$  und  $p_2$  zweckmäßigerweise so gewählt, daß  $d_1$  knapp über 10,  $d_2$  knapp darunter liegt. Die gesuchte Belastung  $p$  für die Dauerbiegezahl  $d = 10$  wird dann entweder durch graphische Interpolation oder rechnerisch unter Benutzung der Gleichung (3) ermittelt und zur Berechnung der Biegereißlänge benutzt.

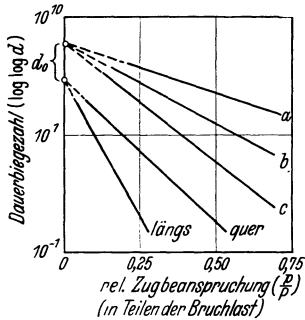


Abb 144. Abhängigkeit des Dauerbiegewiderstandes von der relativen Zugbeanspruchung (schematisch). a, b, c Papiere gleichen Stoffes, aber steigendem Quadratmetergewichtes. p Zuglast; P Bruchlast beim Zugversuch;  $d_0$  ideale Dauerbiegezahlen.

Während im allgemeinen bei konstanter Zuglast die Dauerbiegezahlen von Längstreifen höher sind als die von Querstreifen und der Dauerbiegewiderstand mit steigendem Quadratmetergewicht bis zu einem Höchstwert wächst (s. unten), sind die auf die Zugfestigkeit bezogenen relativen Dauerbiegezahlen von Längstreifen niedriger als die von Querstreifen (Abb. 144).

Die Biegelast  $p$ , die der Dauerbiegezahl 10 zugeordnet ist, steigt nicht proportional mit dem Quadratmetergewicht. Aus diesem Grunde ist die Biegereißlänge nicht vom Quadratmetergewicht unabhängig.

**Einfluß des Biegewinkels.** Wie aus der nachstehenden Zahlentafel 23 hervorgeht, nehmen die Dauerbiegezahlen um so stärker zu, je kleiner der angewendete Biegewinkel ist.

Zahlentafel 23. Abhängigkeit des Dauerbiegewiderstandes vom Biegewinkel<sup>2</sup>.

Art des Papiers	90°		75°		60°		45°		30°	
	längs	quer	längs	quer	längs	quer	längs	quer	längs	quer
Offsetdruckpapier	51	29	137	47	523	145	1140	551	4569	3299
Briefumschlagpapier	54	38	171	72	635	286	542	603	2693	3809
Werkdruckpapier	3	2	4	3	7	4	12	7	73	22

**c) Abhängigkeit des Dauerbiegewiderstandes vom Quadratmetergewicht.** Mit steigendem Quadratmetergewicht strebt der Dauerbiegewiderstand einem Höchstwert zu und sinkt dann wieder ab (Abb. 145), so daß eine einfache und allgemein gültige Berechnungsweise für eine vom Quadratmetergewicht unabhängige spezifische Dauerbiegezahl nicht gegeben ist<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> SCHOPPER, A.: Wbl. Papierfabr. 68 (1937) S. 97 u. 119.  
<sup>2</sup> Nach Paper Trade J. Bd. 109 (1939) Nr. 5, S. 35 (Instrumentation Studies XXXI).  
<sup>3</sup> Es besteht demnach auch in dieser Hinsicht Übereinstimmung mit den Gesetzmäßigkeiten, von denen die Falzzahl beherrscht wird (s. S. 163).

$$R_B = \frac{p}{b \cdot G_q} \cdot 1000 \quad [\text{km}].$$

- $R_B$  = Biegereißlänge,
- $p$  = Zuglast, die einer Dauerbiegezahl  $d = 10$  entspricht [kg],
- $b$  = Streifenbreite [mm],
- $G_q$  = Quadratmetergewicht [g].

In Zahlentafel 22 sind die Biegereißlängenwerte einiger Papiere aufgeführt.

Zahlentafel 22. Biegereißlängenwerte verschiedener Papiere. (Nach SCHOPPER.)

Art des Papiers	Dicke mm	Biegereißlänge (km)	
		längs	quer
Natronzellstoff . . . . .	0,09	2,32	2,50
Sulfitzellstoff . . . . .	0,035	3,90	2,24
	0,050	1,90	
Baumwollpergament . . .	0,20	0,80	
	0,09	0,36	0,21
Braunschiff . . . . .	0,20	0,68	0,52
	0,16	0,380	

Der „idealen Dauerbiegezahl“ käme zwar die Bedeutung eines derartigen relativen Wertes zu; ihrer Anwendung stehen jedoch Bedenken entgegen, da die Bestimmung zeitraubend und wegen der erforderlichen Extrapolation unsicher ist. Da ferner nach den Versuchen von SCHOPPER die „ideale Dauerbiegezahl“ auch vom Einfluß der Mahlung und Blattbildung unabhängig ist, würde sie zwar das Biegeverhalten der im Papier vorhandenen Faserarten, nicht aber das des Papiers selbst zu kennzeichnen vermögen.

## VII. Einreiß- und Durchreißwiderstand.

**Allgemeines.** Zur Beurteilung des für den Gebrauchswert vieler Papiere wichtigen Widerstandes gegen das Einreißen an der unverletzten Kante bzw. gegen das Weiterreißen von einem schon vorhandenen Riß aus wurden verschiedene Apparate vorgeschlagen, deren Meßprinzip in größerem oder geringerem Maße eine apparative Ausgestaltung des auch heute noch in den Betrieben verbreiteten, von Hand ausgeführten Einreiß- und Weiterreißversuches darstellt. Nach BRECHT und IMSET<sup>1</sup> handelt es sich beim Ein- und Weiterreißen um zwei grundsätzlich verschiedene Prüfungen, die sich sowohl hinsichtlich der im Papier auftretenden Spannungen als auch der Eigenschaften unterscheiden, die durch die Prüfung erfaßt werden.

BRECHT und IMSET kommen auf Grund von festigkeitstheoretischen Überlegungen über die Natur des manuellen Ein- und Weiterreißversuches unter der vereinfachenden Annahme eines homogenen Materials zu folgenden Feststellungen:

Der *Einreißversuch* ist dadurch gekennzeichnet, daß die äußere Kraft, die den Einriß bewirkt, ein inneres, für die Empfindung des Einreißwiderstandes entscheidendes Moment hervorruft. Unter der Voraussetzung, daß bei einer bestimmten Mindestbreite der beanspruchten Zone nur Zugspannungen, nicht aber Scherspannungen wirksam sind, ist dieses Moment abhängig von der Länge der beanspruchten Zone (Rißlänge), der Papierdicke, dem „Elastizitätsmaß“ und der Dehnbarkeit des Materials. Demgegenüber ist die Widerstandsempfindung beim *Weiterreißversuch* nur von der Größe der aufzuwendenden Kraft abhängig, obwohl auch in diesem Falle die Trennungsvorgänge auf die Wirkung eines Moments zurückzuführen sind. Zur Geltung kommen hierbei die Papierdicke, die Breite der Schälzone, die Schub- (Scher-) Festigkeit und insbesondere auch die Biegesteifigkeit des Materials.

Für die Bestimmung des *Durchreißwiderstandes* sind die Apparate von ELMENDORF und von BRECHT-IMSET bekanntgeworden. Beiden liegt eine dynamische, hauptsächlich auf Scherbeanspruchung der Probe zurückzuführende Arbeitsweise zugrunde. Gemessen wird der Durchreißwiderstand längs einer bestimmten Rißstrecke, wobei der Riß von einem vorgebildeten Einschnitt bzw. Einriß ausgeht.

Das im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem für die Prüfung bestimmter Papiere verwendete MPA-Einreißgerät beruht ebenfalls auf einer Scherbeanspruchung. Im Gegensatz zu den beiden erstgenannten Apparaten wird hier jedoch die Papierprobe an der unverletzten Kante unter der Wirkung statischer Belastungskräfte eingerissen. Der in Amerika entwickelte GURLEY-Apparat mißt den Einreißwiderstand bei vorwiegender Zugbeanspruchung, wobei die Richtung der Zugkräfte mit der Hauptebene des Papiers zusammenfällt. Ein anderer Weg wird bei der von A. SCHOPPER vorgeschlagenen Methode beschritten. Hier erfolgt die Messung des Einreißwiderstandes als „Randfestigkeit“ durch Beanspruchung der Probe auf Drillung.

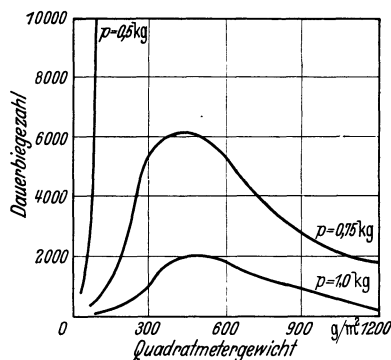


Abb. 145. Einfluß des Quadratmetergewichtes auf den Dauerbiegewiderstand in Abhängigkeit von der Zugbeanspruchung;  $p$  angehängte Zuglast.

<sup>1</sup> BRECHT u. IMSET: Zellstoff u. Papier **13** (1933) S. 564 u. **14** (1934) S. 14.

## 1. Durchreiß- (Weiterreiß-) Widerstand.

### a) ELMENDORF-Gerät<sup>1</sup>.

*α) Beschreibung des Apparates und Versuchsausführung.* Das Meßprinzip dieses in Amerika aufgekommene und für den Durchreißversuch verbreitetsten Apparates beruht darauf, daß das Prüfmaterial mit einem Einschnitt versehen und anschließend durch Auseinanderziehen der beiden durch den Einschnitt entstehenden Laschen unter Aufwendung eines Teiles des Arbeitsinhaltes eines schwingenden Pendels zerrissen wird.

Das als Segment einer Kreisscheibe ausgebildete Pendel *A* (Abb. 146) schwingt in deren Mittelpunkt um einen Zapfen, der mit dem Gestell *D* fest verbunden ist. An dem Gestellfuß ist eine feststehende Einspannklemme *N* angebracht, eine zweite an dem beweglichen Pendel. Um die zu prüfenden Proben einzuklemmen, wird das Pendel in seiner Anfangsstellung nach links so weit gehoben, daß es von der Feder *H* gehalten wird. Der Zeiger *K*, den das Segment durch Reibung mitnimmt, wird so gestellt, daß er senkrecht steht und der Feder *E* anliegt. Die Proben werden in die Klemmen eingespannt und durch Druck auf einen Hebel angeschnitten. Durch einen leichten Druck auf die Feder *H* wird das Pendel gelöst; der Zeiger wird jedoch durch *E* zurückgehalten. Erst wenn das Pendel wieder zurückschwingt, nimmt es den Zeiger mit. Da ein Teil der Pendelenergie für das Zerreißen der Probe verbraucht wird, steigt der Zeiger um so weniger hoch, je größer die Zerreißarbeit ist.

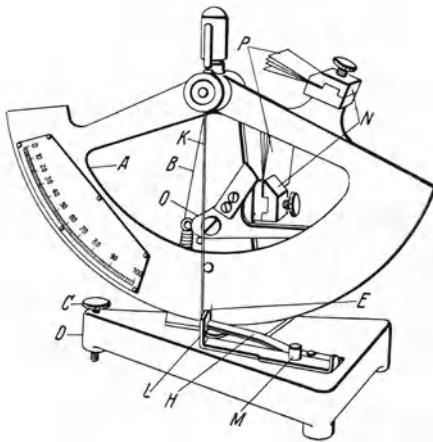


Abb. 146. ELMENDORF-Durchreißprüfer.

Durch eine geeignete Teilung der Skala des Apparates, welche die Reibungsverluste berücksichtigt, kann der Widerstand, den das Papier dem Durchreißen entgegengesetzt, in der Dimension einer Kraft [g] abgelesen werden. Demnach wird also zwar die Arbeit gemessen, die längs des Reißweges geleistet wird, das Ergebnis wird jedoch als Kraft ausgedrückt; dies ist zulässig, weil die Länge des Durchrisses bei gleichbleibender Streifenbreite als konstant anzunehmen ist. Die Skala ist so geeicht, daß bei der gleichzeitigen Prüfung von 16 Abschnitten unmittelbar die auf 1 Blatt bezogene Kraft angezeigt wird. Wird eine davon abweichende Anzahl von Abschnitten geprüft, ist der Meßwert umzurechnen:

Durch eine geeignete Teilung der Skala des Apparates, welche die Reibungsverluste berücksichtigt, kann der Widerstand, den das Papier dem Durchreißen entgegengesetzt, in der Dimension einer Kraft [g] abgelesen werden. Demnach wird also zwar die Arbeit gemessen, die längs des Reißweges geleistet wird, das Ergebnis wird jedoch als Kraft ausgedrückt; dies ist zulässig, weil die Länge des Durchrisses bei gleichbleibender Streifenbreite als konstant anzunehmen ist. Die Skala ist so geeicht, daß bei der gleichzeitigen Prüfung von 16 Abschnitten unmittelbar die auf 1 Blatt bezogene Kraft angezeigt wird. Wird eine davon abweichende Anzahl von Abschnitten geprüft, ist der Meßwert umzurechnen:

$$P = \frac{16}{n} P_n,$$

- P* = Durchreißkraft für 1 Blatt,  
*P<sub>n</sub>* = abgelesener Wert,  
*n* = Anzahl der gleichzeitig geprüften Blätter.

<sup>1</sup> Bei dem hier beschriebenen Apparat handelt es sich um die in Deutschland übliche, von der Firma Poller, Leipzig, gelieferte Bauart. In Amerika bzw. in England werden die im einzelnen etwas verschiedenen Ausführungsformen ELMENDORF-THWING bzw. ELMENDORF-MARX angewendet. Literatur: ELMENDORF: Tearing Strength Test for Paper. Paper Bd. 26 (1920) S. 302. — ELMENDORF: Worlds Pap. Tr. Rev. 1922 Nr. 14 (Oktober), S. 1084. — HOUSTON, I. H.: Der ELMENDORF-Prüfer. Paper Trade J. Bd. 74 (1922) Nr. 10, S. 43. — POTTS, T.: Paper-Maker and Brit. Paper Trade J. 1923, Nr. 2, S. 167. — NAGL, H.: Beitrag zur Feststellung der Wirkungsweise des ELMENDORF-Apparates. Papierfabrikant 27 (1929) S. 421 und Der ELMENDORF-Prüfer. Wbl. Papierfabr. 63 (1932) S. 286. — Über die Ausführung der Prüfung nach der Methode der Paper Makers' Assoc. of Great Britain and Ireland vgl. First Report of the Paper Testing Committee. London 1937.

β) *Abmessungen und Anzahl der Probestreifen.* — *Rißlänge.* — *Eichung.* Nach den Vorschriften der *Technical Association of the Pulp and Paper Industry*<sup>1</sup> sollen die Versuchsstreifen mindestens 6,3 cm lang und von solcher Breite sein, daß die Entfernung vom Ende des Einschnittes bis zum Rande der Probe (Rißstrecke) 4,3 cm beträgt. Die Anzahl der gleichzeitig geprüften Blätter soll so groß sein, daß der Meßwert zwischen 20 und 40 liegt. In jeder der beiden Hauptrichtungen des Papiers sind mindestens 5 Einzelversuche auszuführen. Die Probe soll beim Versuch in der Richtung des Einschnittes weiterreißen. Die Werte sind ungültig, wenn die Rißrichtung um mehr als 6,3 mm von der Einschnitttrichtung abweicht. Die *Technical Section of the Paper Makers' Association of Great Britain and Ireland*<sup>2</sup> schreibt bei Benutzung des ELMENDORF-MARX-Apparates (vgl. S. 170, Fußnote 1) eine Streifenlänge von 100 mm und eine Rißstrecke von 4,4 cm vor, der Meßwert soll zwischen Teilstrich 25 und 90 der Skala fallen (der Prüfstreifen wird hier mit zwei parallelen, 50 mm voneinander entfernten Einschnitten versehen). — In Deutschland besteht nur eine Vorschrift des Unterausschusses für Zellstoff-Festigkeitsprüfung des *Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure*<sup>3</sup>, wonach die Streifenlänge 5,5 cm, die Streifenbreite 6,5 cm und die Anzahl der gleichzeitig zu prüfenden Blätter 6 betragen soll<sup>4</sup>.

Für die *Eichung* des Apparates wurde von CLARK<sup>5</sup> ein empirisches, von BRECHT und IMSET<sup>6</sup> ein rechnerisches Verfahren angegeben. — Nicht geeichte Apparate ergeben je nach dem Skalenbereich um 8 bis 13% abweichende Werte. Zu berücksichtigen sind bei der Eichung die Luft- und Zapfenreibung des Pendels, die Zapfenreibung des Zeigers und die für das Heben der abgerissenen Streifenenden erforderliche Arbeit.

Das ELMENDORF-Gerät weist einige *Mängel* konstruktiver Art auf, wie eine kritische Untersuchung von BRECHT und IMSET<sup>6</sup> ergeben hat: Bei der üblichen Streifenlänge legt sich der Streifen auf die Kante des schwingenden Pendels und bremst dieses ab, und zwar um so mehr, je steifer das Papier ist. — Da die Ebene durch den Klemmschlitz nicht den Pendeldrehpunkt schneidet, tritt insbesondere bei dickeren Lagen eine Stauchung des eingespannten Materials ein. — Die ungünstige Anordnung des Messers führt dazu, daß die Einschnittlänge von der Dicke der Lage (Anzahl der gleichzeitig geprüften Blätter) dergestalt abhängig ist, daß sich die mittlere Schnittlänge mit zunehmender Blattzahl verkürzt (bei dem im Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem befindlichen Apparat nimmt z. B. die Schnittlänge vom 1. bis zum 16. Blatt um 11% ab, wodurch sich die Rißlänge bei gleichbleibender Streifenbreite um rund 4% erhöht). — Da auch die Schälbreite der äußeren Blätter von der der innen liegenden verschieden ist, entstehen bei der Umrechnung der Meßwerte auf die Blattzahl 16 um so größere Fehler, je mehr die Anzahl der gleichzeitig geprüften Blätter von 16 abweicht. — Wegen der ungenügenden Ablesegenauigkeit treten bei der Benutzung des unteren Skalenbereiches (0 bis 20) Fehler auf, die 10% und darüber betragen können. — Zu beachten ist schließlich, daß außer der eigentlichen Durchreißkraft auch die Biegekraft in das Ergebnis eingeht, die zur Überwindung der Biegesteifigkeit beim Auseinanderziehen der beiden Laschen erforderlich ist.

<sup>1</sup> Paper Trade J. Bd. 83 (1926) Nr. 11, S. 51. — Nach einem Abänderungsvorschlag (Paper Trade J. Bd. 94 (1932) Nr. 18, S. 43) soll die Streifenlänge 50 mm betragen. Meßwerte mit Abweichungen von mehr als 5 mm von der Einschnitttrichtung sind nicht zu berücksichtigen.

<sup>2</sup> First Report of the Paper Testing Committee. London 1937.

<sup>3</sup> Merkblatt V/12 der Zellstoff-Festigkeitskommission des genannten Vereins.

<sup>4</sup> Es ist jedoch darauf hinzuweisen, daß durch die Festlegung der Streifenbreite eine gleichbleibende Rißstrecke, auf die es allein ankommt, nicht gewährleistet ist. Die Rißstrecke ergibt sich als Differenz aus Streifenbreite und Länge des Einschnittes, wobei es sich gezeigt hat, daß letztere bei einzelnen Apparaten verschieden sein kann. So beträgt z. B. die mittlere Schnittlänge des im Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem benutzten ELMENDORF-POLLER-Apparates bei einem Stapel von 6 Abschnitten eines 80 grammigen Normal 4a-Papiers 18 mm, während BRECHT und IMSET für einen in Darmstadt geprüften Apparat 16,3 mm angeben. — Bei einer zukünftigen Normung des Verfahrens wird dieser Umstand zu berücksichtigen sein.

<sup>5</sup> CLARK: Paper Trade J. Bd. 94 (1932) Nr. 1, S. 33.

<sup>6</sup> BRECHT u. IMSET: Papierfabrikant **31** (1933) Festnummer, S. 46.

γ) *Beziehung zwischen Durchreißkraft und Quadratmetergewicht.* Zum Vergleich des Durchreißwiderstandes von Papieren verschiedenen Quadratmetergewichtes wurde von BERGMAN<sup>1</sup> der Begriff der „Einreißfläche“ vorgeschlagen:

$$\text{Einreißfläche [m}^2\text{]} = \frac{\text{Einreißkraft [g]}}{\text{Quadratmetergewicht [g/m}^2\text{]}}$$

BRECHT und IMSET<sup>2</sup> kommen jedoch im Verlaufe ihrer Untersuchungen über den ELMENDORF-Apparat zu dem Ergebnis, daß die für die Anwendung dieses Begriffes notwendige Voraussetzung der direkten Proportionalität zwischen Durchreißkraft und Quadratmetergewicht nicht gegeben ist. Die für die Einreißfläche errechneten Werte sind nicht vom Quadratmetergewicht unabhängig, sondern nehmen mit diesem zu, wahrscheinlich infolge des steigenden Einflusses der Biegesteifigkeit (Abb. 147).

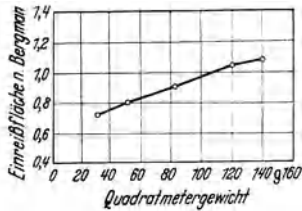


Abb. 147. Abhängigkeit der Einreißfläche vom Quadratmetergewicht. (Nach Versuchen von BRECHT und IMSET.)

Die Vorschrift für die Zellstoff-Festigkeitsprüfung nach der deutschen Einheitsmethode sieht eine Umrechnung des gemessenen Durchreißwertes auf ein Blattgewicht von 100 g/m<sup>2</sup> vor (s. S. 171, Fußnote 3).

**b) BRECHT-IMSET-Gerät<sup>3</sup>.** Zum Unterschied vom ELMENDORF-Apparat wird die Prüfung hier nicht durch einen Messerschnitt vorbereitet, sondern durch einen Einriß, der unter den gleichen Bedingungen erfolgt, unter denen die eigentliche Prüfung verläuft. Das Einreißen und das Durchreißen besorgt ein Schieber, der seine Bewegungsenergie von einem schwingenden Pendel erhält. Die Konstruktion und die Arbeitsweise des Apparates sind nachfolgend beschrieben (Abb. 148—150).

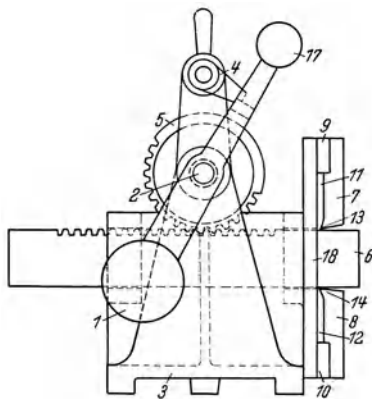


Abb. 148. Schematische Darstellung des BRECHT-IMSET-Gerätes (Seitenansicht).

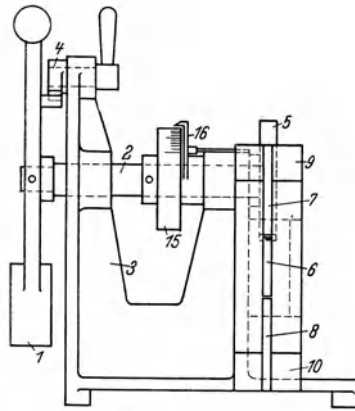


Abb. 149. Schematische Darstellung des BRECHT-IMSET-Gerätes (Vorderansicht).

Die mit dem Pendel 1 versehene Welle 2 ist im Rahmen 3 drehbar gelagert. Am oberen Teil des Rahmens ist zum Feststellen des Pendels eine Sperrklinke 4 angebracht. Am anderen Ende der Welle ist ein Zahnrad 5 befestigt, das in dem am Rahmen waagrecht gelagerten Schieber 6 eingreift, dergestalt, daß die Bewegung des Schiebers stets von der des Pendels abhängig ist. Der Schieber 6 und die zwei Haltearme 7 und 8 bilden den Teil des Apparates, der das Durchreißen der Prüfstreifen bewirkt. Die beiden Haltearme, die symmetrisch zum Schieber stehen, sind an den vom Schieber entfernten Enden 9 und 10 am Rahmen festgemacht. Zwischen den zwei Befestigungsstellen liegt jeder Haltearm vom Rahmen etwas entfernt. Die beiden Öffnungen 11 und 12 sind senkrecht und in derselben Ebene angeordnet. Zwischen den beiden Lagern der Pendelwelle ist eine Meßvorrichtung untergebracht.

<sup>1</sup> BERGMAN: Papierfabrikant **30** (1932) S. 124.

<sup>2</sup> BRECHT u. IMSET: Papierfabrikant **31** (1933) Festheft, S. 57.

<sup>3</sup> BRECHT u. IMSET: Wbl. Papierfabr. **64** (1933) S. 848. Der Apparat wird von der Firma Louis Schopper, Leipzig, hergestellt.

Nachdem der Schieber 6 mit Hilfe des Pendelhandgriffes 17 bis an die Kante 18 des Rahmens 3 zurückgeschoben ist, wird das Prüfmaterial vor den Schieber 6 und hinter die Haltearme 7 und 8 symmetrisch, aber ohne besondere Festspannung gelegt. Der Pendelarm 17 wird sodann von Hand bis an die Sperrklinke 4 gebracht, wodurch der Streifen vom Schieber gegen die Haltearme gedrückt und an vier Stellen parallele Einrisse erhält, von denen je zwei in entgegengesetzter Richtung verlaufen. Gleichzeitig wird dadurch die der Eigenart des Materials entsprechende Schälung der Reißkanten eingeleitet. Bei Vornahme der Prüfung läßt man durch Drehen der Sperrklinke das Pendel fallen, wobei der Schieber vom Pendel vorgetrieben wird. Damit bewirkt das Pendel das Zerreißen des Blattes. — Der Streifen wird nicht ganz durchgerissen, damit der Krümmungsradius des Blattes während des Versuches gleichbleibt.

Die vom Pendel verbrauchte, auf 1 cm Rißlänge bezogene Arbeit  $A_D$  ergibt sich aus dem konstanten Fallwinkel  $\alpha$  ( $60^\circ$ ), dem nach dem Versuch abgelesenen Steigwinkel  $\beta$ , dem Leergang-Steigwinkel  $\gamma$  (der den Reibungseinfluß beschreibt und vom Pendelgewicht abhängig ist) sowie einer Gerätekonstanten  $K$  nach folgender Gleichung:

$$A_D = K \left( \frac{\cos \beta - \cos \alpha}{\beta + \alpha} - c \right) \left[ \frac{\text{cmg}}{\text{cm}} \right]$$

$$c = \frac{\cos \gamma - \cos \alpha}{\gamma + \alpha}.$$

Die Gerätekonstante  $K$  wird durch Eichung mit einem Prüfungsgewicht  $P$  bestimmt, das an einen am Pendelangebrachten Hebelarm von der Länge  $a$  angehängt wird:

$$K = \frac{P \cdot a}{\varphi \cdot d} \cdot \frac{180}{\pi}.$$

$\varphi$  bedeutet den Winkel, um den das Pendel unter der Wirkung des Prüfungsgewichtes  $P$  ausgelenkt wird,  $d$  den Durchmesser des Zahnrades (70 mm).

Der Zahlenwert der *Durchreißkraft* beträgt die Hälfte der Durchreißarbeit, weil die Kraft einen doppelt so großen Weg zurücklegt, wie die Reißstrecke lang ist.

Um die Prüfung von Papieren sowohl geringer als auch hoher Festigkeit mit der gleichen Blattzahl vornehmen zu können, ist das Pendelgewicht auswechselbar eingerichtet (200 und 500 g). Dies ist erforderlich, weil der Meßwert aus den gleichen Gründen wie beim ELMENDORF-Apparat von der *Blattzahl* abhängig ist. Zur Definition des Ergebnisses ist daher die Angabe der benutzten Blattzahl erforderlich. Von BRECHT und IMSET wird die gleichzeitige Prüfung von 2 Blättern in der Größe von  $125 \times 60$  mm als zweckmäßig vorgeschlagen. — Die von der Blattzahl und vom Pendelgewicht abhängige *Versuchsdauer* beeinflusst den Meßwert nur in geringem Maße.

Da zwischen dem Quadratmetergewicht des Papiers und der Durchreißarbeit keine direkte Proportionalität besteht, ist eine einfache Umrechnung auf ein bestimmtes Quadratmetergewicht nicht möglich.

Verglichen mit den Ergebnissen der ELMENDORF-Prüfung liegen die Werte beim BRECHT-IMSET-Apparat etwas höher. Dies rührt davon her, daß sich beim ELMENDORF-Gerät die Schälung der Proben erst während des Zerreißen ausbildet, wogegen sie beim BRECHT-IMSET-Gerät schon von Anfang an vorgebildet ist, was zu größeren Schälbreiten führt.

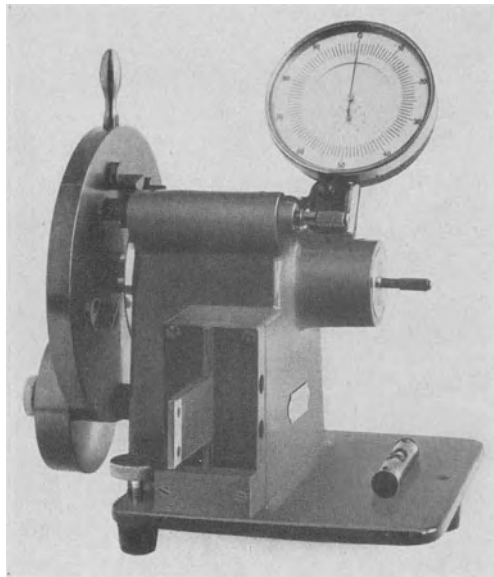


Abb. 150. Durchreißprüfer nach BRECHT-IMSET.



## 2. Einreißwiderstand.

a) **Einreißgerät des Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem („MPA.-Gerät“)**<sup>1</sup> (Abb. 151 und 152). Diese Vorrichtung besteht aus einer

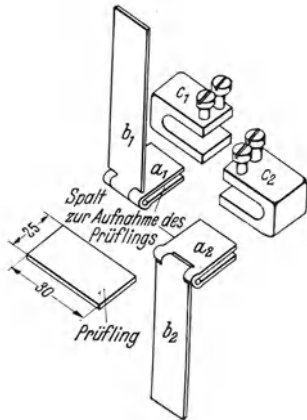


Abb. 151. „MPA.“-Einreißgerät. (schematische Darstellung).

oberen und unteren Klemme mit den Einzelteilen  $a_1, b_1, c_1$  bzw.  $a_2, b_2, c_2$ . Ein Streifen des Versuchsmaterials in der Größe von  $30 \times 30$  mm wird in den Klemmenspalt  $a_1$  und  $a_2$  eingeschoben und durch die Spannbügel  $c_1$  und  $c_2$  so festgeklemmt, daß die eine Seite an der Klemmenachse anliegt und die beiden Klemmenhälften sich berühren. Die Klemmenhalter  $b_1$  und  $b_2$  werden sodann in die Klemmen eines Zugfestigkeitsprüfers eingespannt. Bei der langsamen Abwärtsbewegung der unteren Klemme wirkt an den beiden aneinander liegenden Seiten der Klemmen  $a_1$  und  $a_2$  eine stetig wachsende Scherkraft, die nach Überwindung des Trennungswiderstandes den Einriß hervorruft. Die Kraft wird auf der Kraftskala des Zugfestigkeitsprüfers abgelesen und stellt nach Abzug des Gesamtgewichtes der oberen Klemme einen Ausdruck für den Einreißwiderstand dar. —

Für die Richtungsbezeichnung des Einreißwiderstandes ist die Rißrichtung maßgebend.

b) **GURLEY-Apparat.** Ein Probestreifen wird zwischen zwei Scheibenpaaren festgeklemmt, worauf diese in entgegengesetzter Richtung gedreht werden. Diese gegenläufige Bewegung ruft im Papierblatt Zugspannungen hervor, die an der außenliegenden Kante am höchsten sind und an dieser Stelle zu einem Einriß führen.

c) **SCHOPPERs Torsionsfestigkeitsprüfer zur Bestimmung der Randfestigkeit**<sup>2</sup>. Unter Nachahmung des Handversuches wird an der äußersten Randzone eines quadratischen Probestreifens durch Verdrehung ein Kräftepaar senkrecht zur Achse des Papierblattes zur Wirkung gebracht, wobei das Kräftepaar eine Randschubspannung und bei Überschreitung der Festigkeitsgrenze einen Randriß hervorruft. Das Kräftepaar steht im Gleichgewicht. Jede Kraft greift im Abstand der halben Streifenbreite an und ergibt ein Drehmoment, das vom Meßgerät angezeigt wird. Aus diesem als „Randmoment“ bezeichneten Drehmoment wird die „Randfestigkeit“ berechnet.

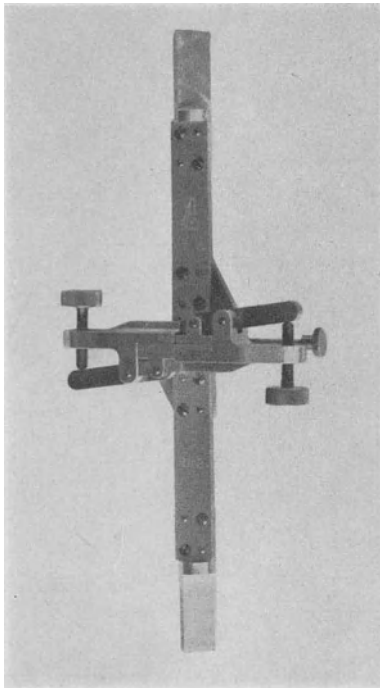


Abb. 152. „MPA.“-Einreißgerät.

Der Apparat ist in den Abb. 153 und 154 dargestellt. Das Probeblatt  $P$  wird in die Klemmen  $J$  und  $M$ , die eine gemeinsame ideale Drehachse haben, genau symmetrisch eingespannt. Die Klemme  $M$  hält das eine Ende des Probeblattes fest und wird durch Betätigung des Zahnradpaares  $a, b$  in Drehbewegung versetzt. Die Drehbewegung wird auf die

<sup>1</sup> Herstellerfirma: Louis Schopper, Leipzig.

<sup>2</sup> SCHOPPER, A.: Papierfabrikant **38** (1940) S. 157.

Probe übertragen, deren anderes Ende von der Klemme *J* festgehalten wird. Die Klemme *J* ist mit der Drehachse eines Gewichtspendels *G* verbunden, mit dem die durch den Antriebsmechanismus auf das Probeblatt ausgeübten Drehmomente, die auf der Skala *S* angegeben sind, gemessen werden. Der Drehungswinkel, den die beiden Einspannklemmen *J* und *M* gegeneinander erfahren, ergibt sich aus der Differenz des Drehungswinkels der Klemme *M* und des Ausschlagwinkels des Gewichtspendels. Zu diesem Zwecke ist auf der Drehachse des Gewichtspendels ein Zahnrad *g* gesondert gelagert. Dieses greift in ein anderes Zahnrad *h* ein, das, wie das Zahnrad *b*, mit der Antriebswelle verbunden ist. Die Zahnräderpaare *a*, *b* und *g*, *h* machen die gleiche Drehbewegung. Der Drehwinkel wird von der Skala *W* abgelesen. Die verschiebbare Achse *m* kann mit einer Spannvorrichtung *n*, *z* verbunden werden, wodurch auf das Probeblatt eine Zusatzspannung übertragen wird. Durch Drehen am Handgriff *H* wird der Apparat betätigt.

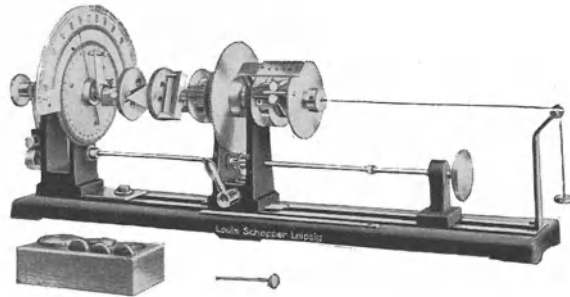


Abb. 153. Torsionsfestigkeitsprüfer zur Bestimmung der Randfestigkeit nach SCHOPPER.

Das gesamte *Randmoment*  $Mt_R$  ergibt sich als Summe der einzelnen Momente aus der Gleichung

$$Mt_R = P \frac{B^2}{2E} + Stw \cdot \frac{B}{2} + \frac{Z}{2} \cdot \frac{B}{2}; \quad (1)$$

- P* = Randfestigkeit (Tangentialkraft),
- B* = Streifenbreite,
- E* = Streifenlänge,
- Stw* = Verdrehungssteifigkeit,
- Z* = Zusatzgewicht.

Für Papiere mit geringer Steifigkeit kann der Wert *Stw* vernachlässigt werden. Wird ferner die Messung ohne Zusatzgewicht *Z* an quadratischen Streifen (*B* = *E*) durchgeführt, so vereinfacht sich der Ausdruck zu

$$Mt_R = P_R \cdot \frac{B}{2} \quad [\text{cmg}], \quad (2)$$

woraus sich als Ausdruck für die *Randfestigkeit* ergibt:

$$P_R = \frac{2 \cdot Mt_R}{B} \quad [\text{g}]. \quad (3)$$

Der Ausdruck (2) ist die Gleichung einer Geraden, die durch den Koordinatennullpunkt geht; ihr Steigungsmaß charakterisiert den Einreißwiderstand des Materials und ist nach (3) mit der Randfestigkeit gleichbedeutend. Sämtliche für verschiedene Streifenbreiten geltenden Randmomentwerte liegen auf dieser Geraden (Abb. 155).

Die Randfestigkeit steigt mit zunehmender Dicke des Papiers. Ebenso wirkt auch die Anwendung von Zusatzgewichten erhöhend auf die Randfestigkeit [vgl. Gleichung (1)].

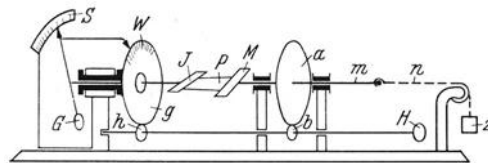


Abb. 154. Torsionsfestigkeitsprüfer nach SCHOPPER (schematische Darstellung).

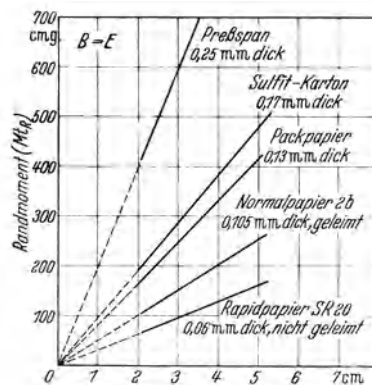


Abb. 155. Randmoment verschiedener Papiere und Kartons. (Nach A. SCHOPPER.)

### VIII. Widerstand gegen Schlagbeanspruchung.

Zur Beurteilung von Papieren, bei denen eine besondere Beanspruchung auf Schlag oder Stoß in Frage kommt, hat SCHOPPER ein Pendelschlagwerk konstruiert, das die zahlenmäßige Ermittlung des Widerstandes gegen dynamische Beanspruchung ermöglicht.

Der Apparat (Abb. 156) besteht aus dem Gerüst (A), der Einspannvorrichtung mit den beiden Einspannklemmen (B) und (C), dem Pendelhammer (E), dessen Achse sich in Kugellagern bewegt, dem Skalenbogen (G), der von 0 bis 160° geteilt ist, und dem Schleppzeiger (H). Um dem Probestreifen eine beliebige aber definierte Vorspannung verleihen zu können, ist eine bewegliche Hilfsklemme (N) vorgesehen, die an einem auf Schienen verschiebbaren, kleinen Rollwagen (O) befestigt und mit einer Belastungsvorrichtung (P, Q, R, S) verbunden ist. Während des Einspannens in die Hilfsklemme ist der Wagen durch einen Stift (T) festgehalten. Das Pendel hat einen Arbeitsinhalt von 5 bzw. 10 cmkg, wenn es aus seiner Ausgangsstellung frei fällt und einen Winkel von 160° mit seiner tiefsten Stellung bildet.

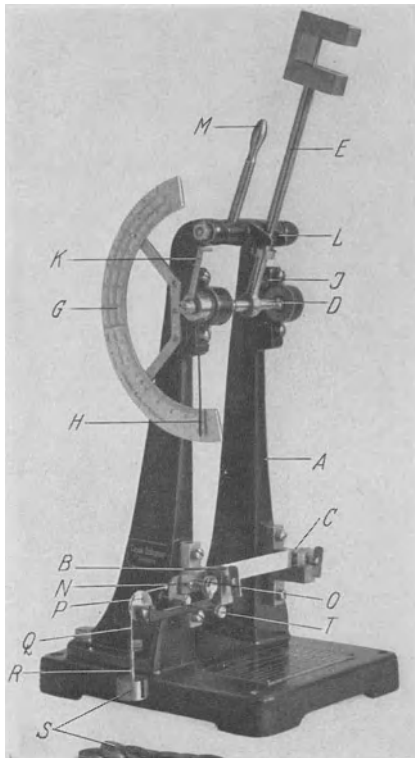


Abb. 156. SCHÖPFFERS Pendelschlagwerk. Gerüst (A); Einspannklemmen (B und C); Pendelachse (D); auswechselbares Pendel (E) (Schlagarbeit 5 bzw. 10 cm kg); Skalenbogen (G); Schleppzeiger (H); Steckstift für Befestigung des Pendelhammers (J); Mitnehmer (K); Arretierklinke (L) mit Handgriff (M); Hilfs einspannklemme (N), auf dem Wagen (O) angebracht; Gewichtsaufhangung (P, Q, R, S); Steckstift zum Befestigen des Wagens (T).

In seiner tiefsten Stellung, d. h. wenn sich der Schwerpunkt genau unter dem Aufhängepunkt befindet, trifft das Pendel auf die Probe und schwingt, nachdem es diese durchschlagen hat, nach der anderen Seite durch. Die Größe der Durchschwingung (Steighöhe) wird durch einen Schleppzeiger, der durch den an der Pendelachse angebrachten Mitnehmer (K) bewegt wird, auf der Bogenskala angezeigt. Aus der Steighöhe wird der nach dem Durchschlagen des Papiers im Pendel noch vorhandene Arbeitsinhalt berechnet.

Die von der Probe aufgenommene, d. h. die zum Durchschlagen verbrauchte *Schlagarbeit* ergibt sich unter Berücksichtigung des Leerlaufreibungsverlustes (1 bis 2°) aus dem Unterschied des Arbeitsinhaltes des Pendels vor und nach dem Schlag. Sie ist abhängig vom *Quadratmetergewicht* des Papiers, sowie von der *Länge*<sup>1</sup> und *Breite*<sup>2</sup> der Versuchstreifen. Für den Vergleich von Papieren verschiedenen Quadratmetergewichtes dient nach POSSANNER V. EHRENTHAL<sup>3</sup> der als *spezifische Arbeitsfläche* bezeichnete Quotient:

$$A_{sp} = \frac{A}{G_q \cdot b} \quad [\text{m}^2];$$

$A_{sp}$  = spezifische Arbeitsfläche [m<sup>2</sup>],  
 $A$  = Schlagarbeit des Pendels [cmg],  
 $G_q$  = Quadratmetergewicht [g/m<sup>2</sup>],  
 $b$  = Streifenbreite [cm].

An Stelle der spezifischen Arbeitsfläche kann in gleicher Weise wie beim Zugversuch der *Arbeitsmodul*  $A_0$  (vgl. S. 131) errechnet werden:

$$A_0 = \frac{A}{1000 G} \left[ \frac{\text{cmkg}}{g} \right]$$

$A$  = Schlagarbeit des Pendels [cmg]  
 $G$  = Streifengewicht [g].

Nach POSSANNER VON EHRENTHAL<sup>3</sup> stimmen die Arbeitswerte beim statischen Zugversuch und beim Schlagzerreiversuch annähernd überein, wobei der dynamische Versuch bei gekreppten Papieren im allgemeinen etwas größere, bei ungekreppten Papieren etwas niedrigere Werte ergibt als der statische Versuch<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Mit zunehmender Streifenlänge wächst die Dehnung und damit auch das Arbeitsaufnahmevermögen.

<sup>2</sup> Der Apparat ist für eine Streifenlänge von 100 mm und eine Streifenbreite von 15 mm eingerichtet.

<sup>3</sup> POSSANNER V. EHRENTHAL: Wbl. Papierfabr. 58 (1927) Nr. 24 A, S. 97 u. Nr. 97, S. 830.

<sup>4</sup> Die höheren Werte des gekreppten im Vergleich mit ungekrepptem Papier erklären sich daraus, daß für das Auseinanderziehen der Krepffalten ein beträchtlicher Arbeitsaufwand erforderlich ist.

In Zahlentafel 24 sind einige mit dem Pendelschlagwerk erhaltene Arbeitswerte verschiedener Papiersorten zusammengestellt.

Zahlentafel 24. Schlagzerreiarbeit verschiedener Papiere  
(nach POSSANNER VON EHRENTHAL).

Sorte	Quadratmeter- gewicht g	Schlagarbeit in cmg	
		Langsrichtung	Querrichtung
Einseitig glattes Pergamentersatzpapier. . .	44,5—72	220—610	120—460
Vegetabilisches Pergament . . . . .	42—135	300—2370	340—4250
Druckpapier . . . . .	55—119	210—560	210—1500
Kraftpapier . . . . .	41—122	570—2790	550—2240
Sackpapier . . . . .	69—160	1110—4180	660—4540
Krepppapier . . . . .	265—345	5100—9400	1110—3380
Krepppapier, ungekreppt . . . . .	220—255	2400—3240	580—1810

## IX. Biegesteifigkeit.

**Allgemeines.** Fur die Prufung der *Biegesteifigkeit* oder *Steife* von Papier sind verschiedene Vorschage gemacht worden, von denen jedoch bisher keiner zu einem allgemein anwendbaren Verfahren gefuhrt hat. Wie BRECHT und BLIKSTAD<sup>1</sup> in einer kritischen Arbeit uber die Steifigkeitsprufung von Papier, Kartons und Pappen ausfuhren, sind die mit den meisten der vorgeschlagenen Apparate erzielten Meergebnisse untereinander nicht vergleichbar, da sie die Biegesteifigkeit nur indirekt beschreiben und von keiner exakten physikalisch-mathematischen Grundlage ausgehen. Nachteilig ist ferner der Umstand, da auch bei Benutzung ein und desselben Apparates nur Papiere gleicher Dicke vergleichend gepruft werden konnen, da die Mewerte zur Dicke nicht in einer ubersichtlichen, rechnerisch einfachen Beziehung stehen, was fur eine allgemeingultige einfache Berechnung relativer Vergleichswerte erforderlich ware. Neuerdings wurde von BRECHT und BLIKSTAD<sup>2</sup> eine auf Grund theoretischer Uberlegungen entwickelte Methode zur exakten Messung der Biegesteifigkeit und Biege-Formanderungsarbeit beschrieben. Dieses Verfahren soll daher der Behandlung der ubrigen, auf empirischer Grundlage beruhenden, vorausgestellt werden. — Aber auch bei Anwendung eines theoretisch einwandfreien Prufverfahrens entstehen Schwierigkeiten, die in dem besonderen Aufbau des Papierkorpers ihre Ursache haben. Es sind dies die Abweichung vom HOOKEschen Proportionalitatsgesetz<sup>3</sup>, die asymmetrische Verteilung der Druck- und Zugspannungen uber den Querschnitt des Papiers und die verschiedene Beschaffenheit der beiden Oberflachen des Blattes. Hinzu kommt, da das Tragheitsmoment wegen der im allgemeinen geringen Dicke nur ungenau berechnet werden kann. Die Biegegesetze der Festigkeitslehre konnen daher nicht ohne weiteres bzw. nur in besonderen Fallen auf die Papierprufung angewendet werden.

### 1. Meverfahren auf exakter Grundlage.

a) **Methode von BRECHT und BLIKSTAD.** An dem Umfang eines zylindrischen Bolzens *A* (Abb. 157) wird ein Streifen des zu prufenden Papiers befestigt und an seinem freien Ende mit dem Gewicht *P* belastet. Der am Zylinder anliegende Teil des Streifens erfahrt dadurch eine Biegung, deren

<sup>1</sup> BRECHT u. BLIKSTAD: Papierfabrikant **36** (1938) S. 532.

<sup>2</sup> BRECHT u. BLIKSTAD: Papierfabrikant **38** (1940) S. 17.

<sup>3</sup> Vgl. S. 129.

Krümmungsradius  $\rho$  durch den Zylinderdurchmesser  $D$  und die Papierdicke  $d$  gegeben ist. Die Bestimmung der Biegesteifigkeit erfolgt durch Drehen des Bolzens und Messen des hierzu erforderlichen Drehmoments aus dem Abstand  $e$ , der sich unter dem Einfluß der Steife und der Kraft  $P$  einstellt. In einfacher Weise errechnen sich die zur Kennzeichnung des Biegeverhaltens besonders geeignete *Biegeformänderungsarbeit*  $A_B$  bzw. die auf die Dicke  $d$  und das Raumgewicht  $\delta$  bezogenen *relativen* Arbeitswerte  $A_{B\text{rel}}$  und  $A_{B'\text{rel}}$  nach folgenden Formeln:

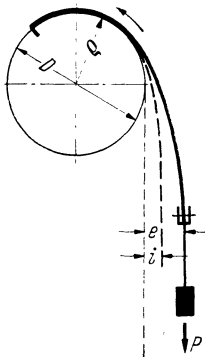


Abb. 157. Meßprinzip des BRECHT-BLIKSTAD-Steifigkeitsprüfers.

$$A_B = \frac{P \cdot e}{\rho \cdot b} \left[ \frac{\text{cmg}}{\text{cm}^2} \right]; \quad (1)$$

$$A_{B\text{rel}} = \frac{P \cdot e}{\rho \cdot b \cdot d} \left[ \frac{\text{cmg}}{\text{cm}^3} \right]; \quad (2)$$

$$A_{B'\text{rel}} = \frac{P \cdot e}{\rho \cdot b \cdot d \cdot \delta} \left[ \frac{\text{cmg}}{\text{g}} \right]; \quad (3)$$

$\rho$  = Krümmungshalbmesser [cm],  
 $b$  = Streifenbreite [cm].

Alle Werte sind auf eine Streifenlänge von 1 cm und eine Streifenbreite von 1 cm bezogen.

Bei der Ableitung dieser Formeln sind von BRECHT und BLIKSTAD einige vereinfachende Voraussetzungen gemacht worden, die die Annahme einer symmetrischen Verteilung der Zug- und Druckspannungen, gleiches Verhalten der beiden Oberflächen des Papierblattes und die Annäherung der Spannungs-Dehnungskurve an eine rechnerisch einfach zu behandelnde Potenzfunktion betreffen. Bedingung für die Gültigkeit der Gleichungen (1), (2), (3) ist ferner, daß die Dehnung  $\epsilon_0$  der äußeren Oberfläche des gebogenen Streifens bei allen Versuchen konstant gehalten wird. Dies wird dadurch erreicht, daß der Zylinderdurchmesser  $D$  jeweils in Abhängigkeit von der Dicke  $d$  des Papiers gewählt wird:

$$\epsilon_0 = \frac{d}{2\rho} = \frac{d}{D + d} \quad [\text{mm}]; \quad \epsilon'_0 = \frac{d}{D + d} \cdot 100 \quad [\%].$$

Von BRECHT und BLIKSTAD wird vorgeschlagen, den konstanten Dehnungswert  $\epsilon_0$  gleich 2% zu setzen. — Da es praktisch nicht möglich ist, für jede vorkommende Dicke einen Bolzen von entsprechendem Durchmesser anzuwenden, werden aus einem Satz von Zylindern, deren Durchmesser eine geometrische Reihe bilden, die passenden ausgewählt. Die hierdurch bedingte Abweichung der wirklichen Dehnung  $\epsilon_{0w}$  von der theoretisch geforderten Dehnung  $\epsilon_0$  wird bei der Berechnung der Formänderungsarbeit berücksichtigt.

Eine Vereinfachung der Auswertung tritt ferner ein, wenn das Verhältnis  $P/\rho$  und die Streifenbreite  $b$  konstant gehalten werden<sup>1</sup>. In diesem Falle ist der abgelesene Wert  $e$  nur mit einem Zahlenfaktor  $f$  zu multiplizieren, der sich aus den bekannten Größen  $P$ ,  $\rho$  und  $b$  ergibt und gleichzeitig die oben erwähnte Dehnungsabweichung korrigiert:

$$A_B = e \cdot f \left[ \frac{\text{cmg}}{\text{cm}^2} \right]. \quad (1a)$$

Außer der Biegearbeit  $A_B$  kann auf einfache Weise auch die *Biegeelastizität*<sup>2</sup> bestimmt werden. Sie stellt den prozentualen Anteil der gesamten Biegearbeit an wiedergewinnbarer Arbeit nach Aufhebung des äußeren Biegemoments dar:

$$\text{Elastizität} = \frac{e + i}{2e} \cdot f' \cdot 100 \quad [\%]. \quad (4)$$

Der Wert  $i$  ist der nach dem Zurückdrehen des Bolzens verbleibende Abstand des Streifens von seiner Lage vor Beginn des Biegeversuches (vgl. Abb. 157).

<sup>1</sup> Von den Verfassern wird hierfür der Wert 4,5 vorgeschlagen.

<sup>2</sup> Ältere empirische Verfahren zur Bestimmung der Biegeelastizität von Mundstückpapier stammen von SCHACHT [Papierztg. 50 (1925) S. 3942] und von MANDL [Zbl. Pap.-Ind. 49 (1931) S. 115].

Der Faktor  $f'$  entspricht seinem Sinne nach dem oben genannten Faktor  $f$ . Er wird wie dieser unter Berücksichtigung des Zahlenverhältnisses  $\frac{d}{2q}$  aus Tabellen entnommen.

In Zahlentafel 25 sind die Arbeitswerte  $A_{B\text{rel}}$  und die Elastizitätszahlen einiger Papiere und Kartons im Vergleich zu denen von Stahl und Leder angeführt.

Zahlentafel 25.  
Biegeverhalten verschiedener Stoffe  
(nach BRECHT und BLIKSTAD).

Material	Spezifische Biegearbeit gcm/cm <sup>3</sup>	Elastizität %
Pauspapier . . { längs quer	3860 2235	— —
Packpapier . . { längs quer	2600—3000 1525	} 58—59
Elfenbeinkarton { längs quer	2250 1490	
Schreibpapier . { längs quer	2180 1258	— —
Lappiges Papier . . . .	535	54
Stahl . . . . .	139000	100
Leder . . . . .	17	63

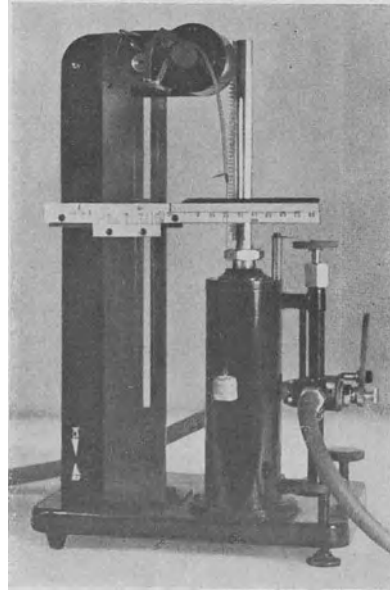


Abb. 158. Steifigkeitsprüfer von BRECHT und BLIKSTAD.

Beschreibung des Apparates<sup>1</sup> (Abbildung 158). Das obere Ende eines etwa 25 cm hohen Ständers trägt ein Kugellager zur Aufnahme des auswechselbaren Zylinderbolzens. Dieser kann in beiden Richtungen gedreht werden, wodurch der Streifen, der entweder durch einen Schlitz oder durch eine Anpreßrolle befestigt ist, auf- oder abgerollt wird. Die Bewegung erfolgt regelbar durch Preßwasser, so daß eine bestimmte Umfangs- und damit auch Dehnungsgeschwindigkeit eingehalten werden kann. Zur Messung der Abstände  $e$  und  $i$  (vgl. Abb. 157) dient ein beweglicher Meßschlitten.

Durchführung der Messung. Nach Feststellung der Dicke  $d$  wird der passende Zylinder gewählt und der Nullpunkt der Skala so gestellt, daß er genau in die senkrechte äußere Tangente des Bolzens fällt. Dann wird das Gewicht  $P$  an den 1 cm breiten Streifen gehängt und der Antrieb in Bewegung gesetzt. Nach Beendigung der Aufrollung bzw. der Abrollung werden die Werte  $e$  bzw.  $i$  abgelesen.

b) **Balkenprobe.** Dicke Pappen mit größerer Biegesteifigkeit können dadurch geprüft werden, daß ein Streifen des Materials auf zwei Stützen frei gelagert und in der Mitte einer stetig zunehmenden Belastung ausgesetzt wird, wobei die mit wachsender Last fortschreitende Durchbiegung des Streifens beobachtet wird. Das Verhältnis zwischen diesen beiden Größen innerhalb des Proportionalitätsbereiches wird unter Berücksichtigung der Abmessungen des Probestreifens und des Abstandes der Stützen nach den allgemeinen Biegesetzen der Festigkeitslehre für die Berechnung der Biegesteifigkeit herangezogen<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Der Apparat wird von der Firma Louis Schopper, Leipzig, geliefert.

<sup>2</sup> Vgl. HERITAGE, SCHAFFER u. CARPENTER: Paper Trade J. Bd. 89 (1929) Nr. 17, S. 50. — SMITH: Paper Trade Review Bd. 99 (1933) Nr. 6, 7, S. 403, 483. — ADAMS u. BELLOWS: Paper Trade J. Bd. 96 (1933) Nr. 9, S. 37.

## 2. Empirische Methoden.

Die älteren Verfahren<sup>1</sup> beruhen darauf, daß ein Streifen von bestimmter Länge waagrecht eingespannt und die Durchbiegung des freien Streifenendes entweder aus dem Vertikalabstand  $Z$  (Abb. 159) (Verfahren von SCHACHT<sup>2</sup> u. a.), der projizierten Streifenlänge  $r$  (CROLARD<sup>3</sup>, MICOUD<sup>4</sup>) oder dem Winkel  $\gamma$  (RIESENFELD und HAMBURGER<sup>5</sup>) bestimmt wird. Diesem Meßprinzip, das auch von CLARK<sup>6</sup>, sowie von MARTIN und BRAY<sup>7</sup> benutzt wird, haftet der Nachteil an,

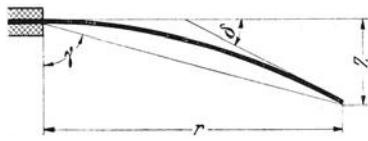


Abb. 159. Abarten der Steifigkeitsprüfung nach dem SCHACHTSchen Prinzip. (Nach BRECHT und BLIKSTAD.)

daß die Durchbiegung wesentlich vom Streifengewicht abhängt, weshalb ein einwandfreier Vergleich von Papieren verschiedenen Quadratmetergewichts nicht möglich ist.

a) Der SCHACHTSche Apparat, der älteste bekanntgewordene Steifigkeitsprüfer, besteht aus einer senkrecht angeordneten halbkreisförmigen Skala, einer Einspannklemme und einem Stativ (Abb. 160). Die Skala ist in Polarkoordinaten geteilt, und zwar die Winkel von 10 zu 10° und die Radien zwischen 30 und 180 mm von 10 zu 10 mm. Die Einspannklemme ist so angeordnet, daß die Vorderkanten der Spannbacken mit dem Koordinatenanfangspunkt zusammenfallen.

Zur Ausführung des Versuches wird ein 15 mm breiter Streifen des zu untersuchenden Papiers in die Einspannklemme eingespannt, wobei dieser auf einem waagrecht angeordneten Lineal aufliegt. Die freie Länge des aus der Klemme herausragenden Streifenendes kann zwischen 30 und 180 mm gewählt werden. Das Einstellen der Streifenlänge ermöglicht die Ringteilung der Skala.

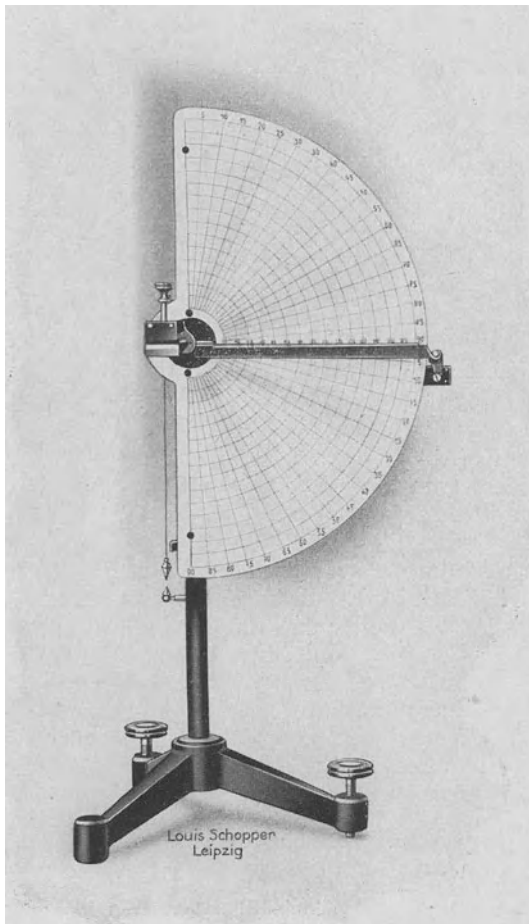


Abb. 160. Steifigkeitsprüfer nach SCHACHT.

<sup>1</sup> Literaturzusammenstellung nach I. A. CLARK: Paper Trade J. Bd. 100 (1935) Nr. 13, S. 41 und BRECHT-BLIKSTAD: Papierfabrikant **36** (1938) S. 532.

<sup>2</sup> SCHACHT: Papierztg. **50** (1925) S. 3942.

<sup>3</sup> CROLARD: Monit. Papeterie franç. **62** (1925) Nr. 11, S. 250. Ref. Zellstoff u. Papier **6** (1926) S. 77.

<sup>4</sup> MICOUD: Papier 1931, Nr. 3, S. 251.

<sup>5</sup> RIESENFELD u. HAMBURGER: Papierfabrikant **27** (1929) S. 709.

<sup>6</sup> CLARK: Paper Trade J. Bd. 100 (1935) Nr. 13, S. 41.

<sup>7</sup> MARTIN u. BRAY: Ref. Papierztg. **60** (1934) S. 193.

Nach dem Einspannen der Probe wird das Lineal langsam nach unten geschwenkt, bis der Streifen frei durchhängt. Die Größe des Durchhanges wird an dem Gradnetz abgelesen; sie ist nach SCHACHT als Maß für die Steifigkeit anzusehen. — Es werden Streifen aus Längs- und Querrichtung geprüft und mit jedem Streifen 2 Versuche vorgenommen, und zwar wird bei einem Versuch die Oberseite, beim zweiten Versuch die Siebseite nach oben gelegt. Die Einspannklemme kann um  $90^\circ$  gedreht werden, so daß der Streifen zu Beginn des Versuchs nach oben gerichtet ist und von dieser Ausgangsstellung aus der Durchhang bestimmt wird.

b) Aus der Messung des Widerstandes gegen Knickbeanspruchung beruht das von EWALD<sup>1</sup> angegebene Verfahren. Es ist in seinem Prinzip völlig empirisch und eignet sich nach RIESENFELD und HAMBURGER<sup>2</sup> nur für die Prüfung steifer Papiere (photographisches Papier, Kunstdruck), während es bei weichen Papieren versagt.

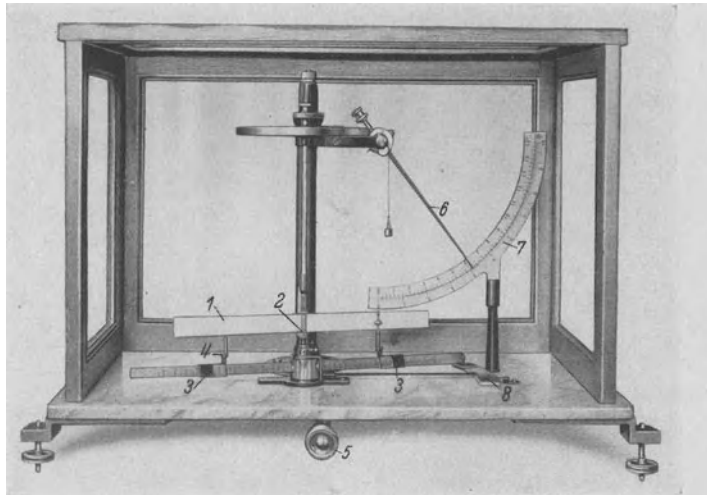


Abb. 161. Steifeprüfer nach CORNELY und WIESDORF.

Ein 2 cm breiter, bis zu 15 cm langer Streifen wird an einem Ende zwischen 2 Klemmbacken, die durch Teile von Zylinderflächen begrenzt werden, so in senkrechter Richtung festgeklemmt, daß er ebenfalls zylindrisch durchgebogen wird. Gegen die Innenseite des gewölbten Streifens drückt ein Hebel mit bestimmter Belastung, der, von der Einspannstelle beginnend, entlang des Streifens nach unten geführt wird, bis dieser durchknickt. Die Steife wird nach der Knicklänge, d. h. dem Abstand von der Einspannstelle bis zur Knickstelle beurteilt; sie ist an einer Skala mit Hilfe eines Nonius bis auf Zehntelmillimeter genau ablesbar.

c) Apparat von CORNELY und WIESDORF<sup>3</sup> (Abb. 161). Mit einer Gewichtswaage wird das Moment der Kraft gemessen, die nötig ist, um einen Streifen von bestimmter Breite und gemessener Länge um einen bestimmten Winkel zu biegen.

Ein Streifen von 15 mm Breite des zu prüfenden Papiers oder Kartons (1) wird in den an der Mittelachse befindlichen Streifenhalter (2) so eingelegt, daß die auf den Reiterarmen (3) sitzenden zwei Reiter (4) wechselseitig an den Streifen anliegen. Die beiden Reiter sind auf den Reiterarmen verschiebbar angeordnet. Die Reiterarme besitzen von der in der Mitte befindlichen Einspannklemme aus nach beiden Seiten gehende Skalen von 0 bis 125 mm, so daß die gesamte Einspannlänge bei doppelseitiger Anlage von 0 bis 250 mm

<sup>1</sup> EWALD: Papierfabrikant **25** (1927) S. 301. — Der Apparat wurde von den Askania-Werken, Berlin-Friedenau, gebaut, wird jedoch nicht mehr hergestellt.

<sup>2</sup> RIESENFELD u. HAMBURGER: Papierfabrikant **27** (1929) S. 709.

<sup>3</sup> Vgl. K. BERNDT: Papierfabrikant **33** (1935) S. 393. — Der Apparat wird von der Firma Ferd. Schoeller, Köln-Deutz, geliefert.



variiert werden kann. Läßt man nur einen Reiter anliegen, so kann die Messung auch einseitig vorgenommen werden. Die Reiterarme mit den beiden Reitern werden durch die Kurbel (5) gedreht, wobei der Probestreifen die Bewegung der Reiterarme auf die Einspannklemme und damit auf die Mittelachse überträgt, die mit dem Streifenhalter unabhängig von den Reiterarmen gelagert ist. Die Drehung der Mittelachse wird weiter auf den Gewichtszeiger (6) übertragen, der vor der Gewichtsskala (7) spielt. Die auf den Probestreifen an der Einspannklemme der Mittelachse ausgeübte Kraft wird an der Waage in Gramm abgelesen, der Durchbiegungswinkel an der mit dem einen Ende der Reiterarme starr verbundenen Winkelskala (8).

Nach BERNDT<sup>1</sup> ist bei Messungen mit dem Gerät von CORNELY und WIESDORF die *Biegesteifigkeit* unter Berücksichtigung der angewendeten freien Einspannlänge und des Biegewinkels durch die abgelesene *Biegekraft* charakterisiert, oder richtiger, worauf von BRECHT und BLIKSTAD<sup>2</sup> hingewiesen wird, durch das während der Messung wirksame Drehmoment. Da zwischen Einspannlänge bzw. Biegewinkel und Biegekraft kein einfacher mathematischer Zusammenhang besteht, ist die Umrechnung auf eine bestimmte Einspannlänge bzw. einen bestimmten Biegewinkel nur mit Hilfe von empirischen zweiparametrischen Interpolationsformeln möglich, deren Konstanten für jedes Prüfmaterial gesondert zu bestimmen wären. — Zum Unterschied von den Verfahren nach dem SCHACHTSchen Prinzip wird hier das Meßergebnis nicht von dem Eigengewicht der Streifen beeinflusst, da die Streifen hochkant stehen. Hingegen sind die Meßwerte in komplizierter Weise von der Dicke abhängig. Es kann daher die Steifigkeit verschiedener Papiere nur dann mit ausreichender Genauigkeit verglichen werden, wenn sie in der Dicke annähernd übereinstimmen.

d) Empirische Meßprinzipien liegen ferner den Vorschlägen von CARTER<sup>3</sup>, GURLEY<sup>4</sup>, SMITH-TABERT<sup>5</sup> und BEKK<sup>6</sup> zugrunde.

Bei dem von CARTER angegebenen Apparat wird ein einseitig eingespannter Probestreifen um einen Winkel von 90° gebogen; die hierzu erforderliche Kraft wird mit Hilfe eines Pendels gemessen. Ebenfalls mit einem Pendel bestimmt GURLEY das für einen bestimmten Biegegrad aufzuwendende Biegemoment. Beim Steifigkeitsprüfer nach BEKK wird ein Probestreifen in zwei miteinander fest verbundene Klemmen derart eingespannt, daß der Streifen einen Halbkreis von 10 cm Durchmesser bildet. Mit Hilfe einer zweiarmigen Balkenwaage wird die Kraft ermittelt, die zum Abflachen des Halbkreises von  $r = 5$  cm auf eine Wölbhöhe von 4 cm erforderlich ist.

## X. Biegefestigkeit von Pappe.

Für die Beurteilung von Pappen, die bei der Verarbeitung oder beim Gebrauch eine Beanspruchung auf Biegung erfahren (Kartonagenpappe, Schuhpappe u. a.), ist die Kenntnis der Biegeeigenschaften erwünscht. Da es sich hierbei um ein Material von großem Formänderungsvermögen handelt, und weil die zu messenden Kräfte im allgemeinen gering sind, kann das in der Materialprüfung sonst übliche Verfahren der Durchbiegung eines auf zwei Stützpunkten gelagerten Balkens nur in seltenen Fällen angewendet werden. Von NAUMANN<sup>7</sup> wurde daher für die Prüfung von Pappen ein Apparat entwickelt, mit dem man den *Biegewinkel* ermittelt, d. h. den Winkel, um den die Pappe gebogen werden kann, bis die äußere Schicht bricht. Gleichzeitig wird die hierzu notwendige *Biegekraft* bestimmt<sup>8</sup> (Abb. 162).

<sup>1</sup> BERNDT, K.: Papierfabrikant **33** (1935) S. 393.

<sup>2</sup> BRECHT u. BLIKSTAD: Papierfabrikant **63** (1938) S. 532.

<sup>3</sup> CARTER: Paper Trade J. Bd. 93 (1931) Nr. 15, S. 54.

<sup>4</sup> GURLEY: Paper Trade J. Bd. 99 (1934) Nr. 25, S. 43. Ref. Papierztg. **60** (1935) S. 66.

<sup>5</sup> SMITH-TABERT: Paper Trade J. Bd. 93 (1931) Nr. 21, S. 39 und Bd. 97 (1933) Nr. 22, S. 28.

<sup>6</sup> BEKK: Zellstoff u. Papier **20** (1940) S. 6.

<sup>7</sup> NAUMANN: Wbl. Papierfabr. **55** (1924) S. 2073, 2202, 2263.

<sup>8</sup> Eine ältere Konstruktion von KIRCHNER [Wbl. Papierfabr. **46** (1915) S. 1492 u. **50** (1919) S. 1051 u. 1361] hat wegen verschiedener Mängel keinen Eingang gefunden in die Prüfpraxis.

Für den Versuch wird ein Pappstreifen von 50 mm Breite an beiden Enden fest eingespannt (s. Abb. 163) und um die Achse  $a$  scharf gebogen. Die Klemmbacken  $B_a$  und  $F_a$  sind gegen die Backen  $B_i$  und  $F_i$  in einem Winkel von  $45^\circ$  verschiebbar. Hierdurch wird erreicht, daß die obere freie Einspannlänge stets in einem bestimmten Verhältnis zur Dicke der Pappe steht, und zwar ist die Länge  $E$  gleich der doppelten Pappendicke. Die Einspannlänge der inneren, hier unteren neutralen Faserschicht, ist gleich Null, so daß alle Faserschichten beim Biegen der Pappe nach unten nur auf Zug, bei umgekehrter Drehrichtung nur auf Druck beansprucht werden. — Der Widerstand, den die Pappe dem Biegen entgegensetzt, wird durch ein Kraftpendel gemessen. Biegekraft  $P$  [kg] und Biege-  
winkel  $\varphi$  können entweder von den Maßstäben unmittelbar abgelesen oder aus dem Schaubild des Biegediagramms ermittelt werden, das durch einen Diagrammapparat selbsttätig aufgezeichnet wird<sup>1</sup>.

Bei Beginn des Versuches steigt die Biege-  
kraft  $P$  rasch an, erreicht unmittelbar vor dem ersten Einreißen den Höchstwert  $P_{max}$  (Biege-  
bruchkraft), dem der Biegebruchwinkel  $\varphi_b$  entspricht, und nimmt dann in dem Maße wieder ab, als sich bei fortschreitender Erhöhung des Biege-  
winkels der Einriß vertieft. Beim Zurückdrehen treten infolge der vorausgegangenen bleibenden Verformung Druckkräfte auf (Abb. 164).

Die Biegebruchkraft ist außer von der Beschaffenheit des Materials (Faserart, Mahlung, Raumgewicht) von der Breite der Probestreifen und insbesondere von der Dicke der Pappe abhängig. Durch Berechnung der Biegebruchfestigkeit  $K_b$  werden jedoch auf einfache Weise von der Dicke unabhängige Ergebnisse erhalten<sup>2</sup>:

$$K_b = \frac{3P}{d^2} \left[ \frac{\text{kg}}{\text{mm}^2} \right];$$

$P$  = Biegekraft [kg],  $d$  = Dicke [mm].

Da der Einfluß der Dicke auf den Biege-  
bruchwinkel nicht durch eine gesetzmäßige Proportion, wie sie für die Biegekraft gilt, ausgeschaltet werden kann, ist ein Vergleich der für Pappen verschiedener Dicke erhaltenen Biege-  
winkel auf relativer Grundlage nicht möglich.

Einige mit dem Apparat von NAUMANN-  
SCHOPPER an verschiedenen Pappensorten ge-  
wonnene Ergebnisse sind in der Zahlentafel 26 zusammengestellt.

<sup>1</sup> Herstellerfirma: Louis Schopper, Leipzig.

<sup>2</sup> Die Anwendung dieser Formel setzt eine Streifenbreite von 50 mm voraus. Bei abweichender Streifenbreite erfolgt die Berechnung nach:

$$K_b = \frac{3P}{d^2} \cdot \frac{r}{b},$$

wobei  $r = 50$  mm beträgt und  $b$  die Streifenbreite in mm bedeutet.



Abb. 162. Pappenbiegeprüfer NAUMANN-SCHOPPER.

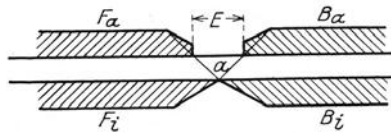


Abb. 163. Wirkungsweise des Pappenbiege-  
prüfers NAUMANN-SCHOPPER.

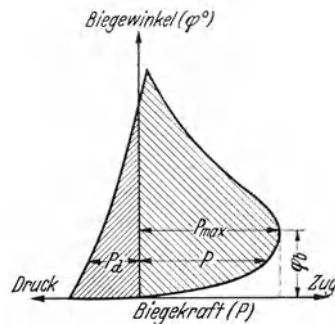


Abb. 164. Schaulinie Biegekraft — Biege-  
winkel beim Biegeversuch nach NAUMANN-  
SCHOPPER.  $P$  Zugkraft beim Biegen;  $P_{max}$  Biegebruchkraft;  $\varphi_b$  Biegebruch-  
winkel;  $P_d$  Druckkraft bei der Rückwärts-  
bewegung.

Zahlentafel 26. Biegewerte einiger Pappen (nach NAUMANN).

Art der Pappe	Dicke ( $d$ ) in mm	Biegekraft $P$ in kg	Biegespannung $K_b = \frac{3P}{d^2}$ in kg/mm <sup>2</sup>	Biege- bruchwinkel $\varphi^\circ$
Holzpappe . . . . .	1,064	0,320	0,849	32
Stroh-pappe . . . . .	0,973	0,269	0,852	39
Kunstleder . . . . .	3,480	5,389	1,335	27
Lederpappe . . . . .	1,396	0,912	1,404	50
Pappe aus Banknotenstoff.	0,787	0,361	1,750	73
Graupappe . . . . .	1,510	1,500	1,970	47
Schuhpappe . . . . .	3,398	16,115	4,182	30
Hartpappe . . . . .	1,030	1,689	4,775	42

### XI. Verdrehwiderstand.

Zur Kennzeichnung des Verdrehwiderstandes von Papier wurde von der Firma Louis Schopper, Leipzig, ein Apparat gebaut, mit dessen Hilfe die Anzahl von Verdrehungen festgestellt wird, die ein Papierstreifen von bestimmter Länge und Breite bei gleichzeitiger Einwirkung einer bestimmten Zugkraft aushält, bis er reißt.

**SCHOPPERs Torsionsprüfer** (Abb. 165). Der Probestreifen, der bis zu 15 mm breit sein kann, wird zwischen zwei Klemmen *A* und *B* eingespannt. Die obere Klemme ist an einem Stahlband befestigt, das über eine Rolle (*C*) geführt und an seinem anderen Ende mit einer Vorrichtung zur Aufnahme von Belastungsgewichten versehen ist. Diese Anordnung ermöglicht, den Probestreifen während des Versuchs einer zwischen 50 g und 2500 g beliebig einstellbaren Zugspannung zu unterwerfen. Der Apparat ist für Einspannlängen von 200, 300, 400 und 500 mm eingerichtet. Die Klemmen sind mit schraubenförmig gewundenen Ansatzflächen versehen, die dem Streifen beim Einspannen eine kleine Verdrehung und während des Versuchs eine Führung im Sinne der Verdrehungsrichtung geben. Hierdurch wird ein durch ungleichmäßiges Verdrehen verursachtes vorzeitiges Reißen eingeschränkt.

*Einfluß der Versuchsbedingungen*<sup>1</sup>. Da die Verdrehungszahl der *Einspannlänge* direkt, der angewendeten *Zuglast* umgekehrt proportional und von der *Papierdicke* ebenfalls in gesetzmäßiger Weise abhängig ist, lassen sich die an einem Papier von der Dicke  $d_1$  bei beliebiger Einspannlänge ( $l_1$ ) und Belastung ( $P_1$ ) gefundenen Verdrehungszahlen ( $T_1$ ) auf eine bestimmte

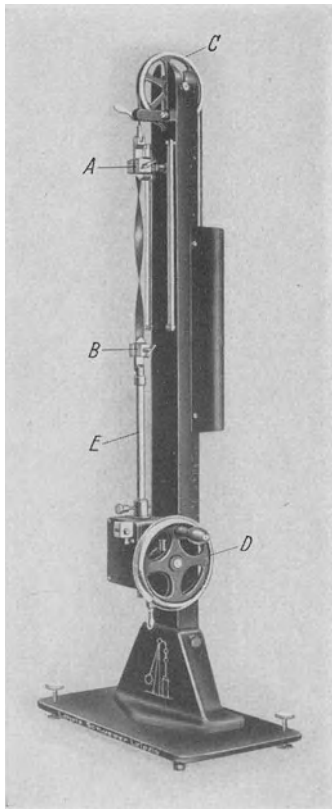


Abb. 165. Torsionsprüfer nach SCHOPPER.

Einspannlänge (z. B.  $l = 100$  mm), Belastung (z. B.  $P = 1000$  g) und Dicke (z. B.  $d = 0,1$  mm) umrechnen:

$$T = \frac{\left[ T_1 - (P - P_1) a \left( \frac{d_1}{d} \right)^{1/b} \right]}{l_1} \cdot l;$$

$T_1, T$  = Verdrehungszahlen,  $l_1, l$  = Einspannlängen,  
 $P_1, P$  = Zuglasten,  $a$  = Konstante (etwa 0,01 bis 0,03),  
 $d_1, d$  = Papierdicken,  $1/b$  = konstanter Potenzexponent (etwa 1,57).

<sup>1</sup> KORN u. BOERNER: Papierfabrikant 33 (1935) S. 2.

Die Konstante  $a$  ergibt sich aus der Beziehung:

$$a = \frac{T_1 - T_2}{P_2 - P_1},$$

wobei  $T_1$  und  $T_2$  die bei Anwendung von zwei beliebig gewählten Zuglasten  $P_1$  und  $P_2$  festgestellten Verdrehungszahlen bedeuten.

Als zweckmäßige *Versuchsgeschwindigkeit* wurde von KORN und BOERNER 60 Umdrehungen in der Minute vorgeschlagen. Für die Bildung eines ausreichend genauen *Mittelwertes* sind 20 Einzelversuche erforderlich.

In der Zahlentafel 27 sind die Ergebnisse der Untersuchung einiger Kabelpapiere aufgeführt. Es ist zu ersehen, daß die Verdrehungszahl mit zunehmender Dicke abnimmt und daß die Differenzierung der Papiere bei Beurteilung nach der Verdrehungszahl eine geringere ist als nach der Bruchlast.

Zahlentafel 27.  
Verdrehungszahlen einiger Kabelpapiere verschiedener Dicke (nach KORN und BOERNER).

Kabelpapier		Verdrehungszahl umgerechnet auf 1000 g Belastung und 1000 mm Einspannlänge	Bruchlast Längsrichtung kg
g/m <sup>2</sup>	Dicke mm		
127	0,165	15	21,79
125	0,155	15 <sup>1</sup> / <sub>2</sub>	18,86
92	0,127	19 <sup>1</sup> / <sub>2</sub>	11,01
79	0,105	20	12,03
70	0,102	20	11,58
52	0,075	21	9,06
39	0,052	21	5,09

## XII. Härte von Pappen.

Als Härte wird üblicherweise der Widerstand bezeichnet, den ein Körper dem Eindringen eines anderen entgegensetzt. Die dadurch gekennzeichnete Eigenschaft ist hauptsächlich bei den sog. Hartpappen (Kofferpappen, Preßspan, Vulkanfiber u. dgl.) von Bedeutung und wird durch Bestimmung der Abmessungen des Eindruckes bestimmt, der durch einen Druckkörper unter bestimmten Versuchsbedingungen hervorgerufen wird. Ein für die Papierprüfung geeigneter Apparat ist die Druckpresse von SCHOPPER.

*Beschreibung des Gerätes.* Der Apparat (Abb. 166 und 167) besitzt ein nach vorn ausladendes Gestell *St*. Als Druckgeber dient ein zwischen den Seitenwänden des Gestellkopfes liegender Belastungsbalken *H*. Die im Querhaupt des Balkens befestigten Schneiden lagern in Pfannen, die in den Seitenwänden des Gestellkopfes liegen. Die mittlere Schneide des Balkens drückt auf den Druckstempel *F*, auf dessen unteres Ende die austauschbaren Fassungen mit dem Druckkörper gesteckt werden. Auf der hinteren Schneide des Balkens sitzt das Gehänge *A* mit den Belastungsgewichten *B* bis *E*. Die Gewichte werden auf das Gehänge aufgelegt, nachdem man die Schutzkappe *S* abgenommen hat. Durch den mit der Stützplatte *2* in Verbindung stehenden Kolben *3*, der sich in dem mit Öl gefüllten Zylinder *4* bewegt (Ölbremsvorrichtung), wird eine stoßfreie Einwirkung der Druckkräfte auf den Probekörper erzielt. Die Geschwindigkeit, mit der die Druckkraft auf die Probe einwirkt, ist mit der Ventilschraube *5* regulier- und einstellbar. Zur Aufnahme der Probe dient der Spindelblock *G* mit der durch das Handrad *C* verstellbaren Spindel *e*. Als Druckkörper dienen *Stahlkugeln* von 2<sup>1</sup>/<sub>2</sub>, 5 und 10 mm Dmr., die je nach der Probendicke mit einer Belastung von 15,625 kg, 50 kg, 62,5 kg oder 187,5 kg in die Probe eingedrückt werden<sup>1</sup>.

*Versuchsausführung.* Man stellt zunächst die Kurbel *L* auf „Entlastung“ und legt die der gewählten Belastung entsprechenden Gewichte auf das Gehänge *A*. Die Probe wird auf die Auflageplatte gelegt und durch Drehen des Handrades *C* aufwärts bewegt, bis nach Berührung der Probe mit dem Druckstempel *F* dieser so weit hochgehoben ist, daß der Zeiger *n* des Eindrucktieftennessers *M* auf seinem Nullpunkt und der Zeiger *N* senkrecht steht. Dann wird der Nullpunkt der drehbaren Skala auf den Zeiger *N* eingestellt. Darauf wird die Kurbel *L* auf „Belastung“ gestellt und nach Verlauf einer Minute die *Eindrucktiefe* an der Skala des Tiefennessers *M* abgelesen, wobei die Stellung des kleinen Zeigers *n*

<sup>1</sup> Die Belastungsstufen entsprechen denjenigen, die bei der Bestimmung der Brinellhärte von Metallen üblich sind.

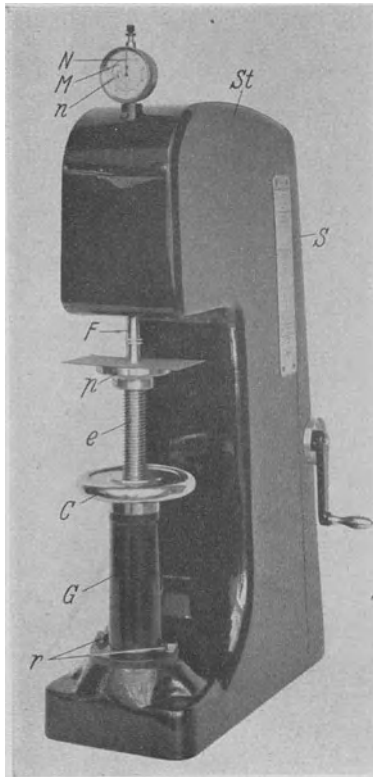


Abb. 166. SCHOPPERS Druckpresse zur Bestimmung der Härte und Zusammendrückbarkeit von Pappen.

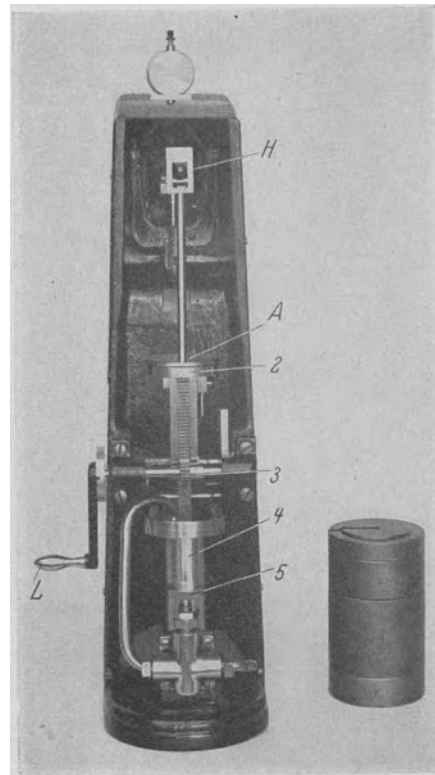


Abb. 167. SCHOPPERS Druckpresse zur Bestimmung der Härte und Zusammendrückbarkeit von Pappen (Hinteransicht).

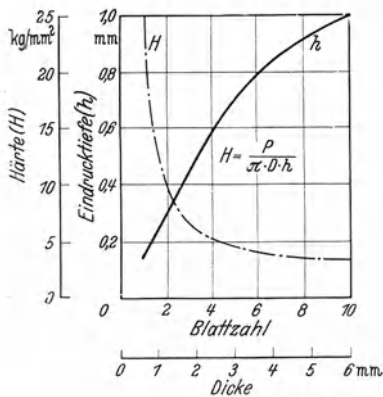


Abb. 168. Einfluß der Dicke bzw. der Anzahl der übereinandergelegten Blätter auf die Eindrucktiefe und Härte beim Kugeldruckversuch (Preßspan, Dicke: 0,6 mm; Kugeldurchmesser: 5 mm; Belastung: 62,5 kg).

ganze Millimeter und die des großen Zeigers  $N$  hundertstel Millimeter angibt<sup>1</sup>.

Nach den *deutschen Vorschriften für die Prüfung elektrischer Isolierstoffe* wird die Kugeldruckhärte an Isoliermaterialien dadurch bestimmt, daß eine Stahlkugel von 5 mm Dmr. ( $D = 0,5$  cm) mit einer konstanten Kraft von  $P = 50$  kg in die Probe stoßfrei eingedrückt wird. Gemessen wird die Eindringtiefe  $h$  nach 10 und 60 s. Der Härtegrad wird in  $\text{kg}/\text{cm}^2$  nach folgender Formel berechnet<sup>2</sup>:

$$H = \frac{P}{\pi \cdot D \cdot h} = \frac{C}{h} \quad [\text{kg}/\text{cm}^2].$$

Der Probekörper soll vor der Prüfung längere Zeit (8 Tage) bei einer Temperatur von  $18^\circ \text{C}$  und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 65% ausgelegt werden.

<sup>1</sup> Hier wird also die gesamte Eindringtiefe unter Einwirkung der vollen Last gemessen, während nach BRINELL der Durchmesser der Eindruckstelle nach Entlastung bestimmt wird.

<sup>2</sup> Härte  $H = P/M$ ;  $M = \pi D h$  = Mantelfläche der Kugelkalotte mit dem Durchmesser  $D$  und der Höhe  $h$ .

*Einfluß der Versuchsbedingungen.* Die Eindringtiefe  $h$  wächst mit abnehmendem Kugeldurchmesser, sowie mit zunehmender Belastung und Versuchsdauer.

*Abhängigkeit des Ergebnisses von der Dicke* (Abb. 168). Mit steigender Dicke vergrößert sich die Eindringtiefe, während die nach der oben angegebenen Formel berechnete Härte wegen der umgekehrten Proportionalität zwischen den Werten von  $h$  und  $H$  abnimmt. Eindringtiefe und Härte streben offenbar einem konstanten Endwert zu, d. h. von einer bestimmten Dicke an ist die Härte von der Dicke unabhängig.

Die Härte verschieden dicker Pappen kann daher nur an Lagen gleicher Dicke beurteilt werden. Um hierbei die wahre Härte des Materials, d. h. den von der Dicke unabhängigen Wert zu erfassen, müssen diese Lagen so stark gewählt werden, daß bei einer weiteren Erhöhung der Dicke eine Zunahme der Eindringtiefe nicht mehr eintritt.

### XIII. Widerstand gegen Scheuerbeanspruchung.

**SCHOPPERS Rundscheuergerät.** Zur Beurteilung des Widerstandes gegen Scheuerbeanspruchung wird im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem das SCHOPPERsche Rundscheuergerät benutzt. Der Apparat (Abb. 169) besteht im wesentlichen aus einem Aufspannkopf ( $a$ ), der die Probe aufnimmt ( $50 \text{ cm}^2$  freie Prüffläche) und einem Scheuerkopf ( $d$ ) mit auswechselbarem Reibkörper. Der Aufspannkopf sitzt auf einer Stuhlung mit der Antriebsvorrichtung und vollführt während der Prüfung eine Taumelbewegung, die ein gleichmäßiges Abscheuern aller Teile der Probe gewährleistet. Der Scheuerkopf drückt beim Scheuern mit  $1 \text{ kg}$  Belastung auf die Probe. Als Scheuermaterial dient Schmirgelpapier Nr. 1. Nach je 100 Umdrehungen wird die Drehrichtung selbsttätig umgekehrt. Der Scheuerstaub wird durch ein Gebläse fortlaufend entfernt.

Der nach einer bestimmten Anzahl von Umdrehungen eingetretene Scheuer-effekt wird entweder durch Bestimmung des Gewichtsverlustes oder des Verlustes an Berstwiderstand<sup>1</sup> gemessen.



Abb. 169. SCHOPPERS Rundscheuergerät.

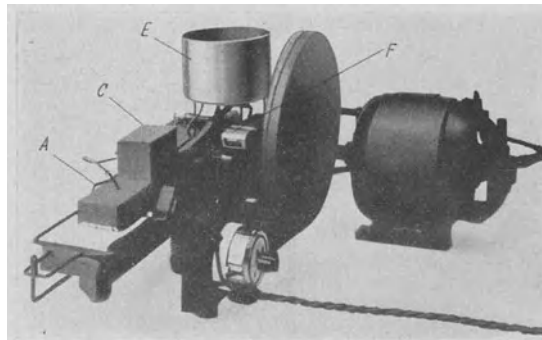


Abb. 170. Naßscheuergerät des Bureau of Standards.

<sup>1</sup> Freie Prüffläche beim Berstversuch in diesem Falle:  $50 \text{ cm}^2$ .

Im *Bureau of Standards*, Washington, wurde eine Vorrichtung zum Scheuern von nassem Papier (z. B. Banknotenpapier) entwickelt. Aus der Abb. 170 ist die Wirkungsweise des Apparates ersichtlich. Auf einer mit der Papierprobe bespannten Metallfläche wird ein Klotz *A* mittels Kurbelantrieb hin- und herbewegt. Der mit dem Gewicht *C* belastete Klotz besitzt einen durchgehenden Gummipflock, der auf dem Papier reibt, während dieses von dem Wasserbehälter *E* aus ständig befeuchtet wird. Jede Doppelreibung wird bei *F* auf einem Zählinstrument angezeigt. Um den Apparat nach Durchreiben des Papiers automatisch außer Tätigkeit zu setzen, ist folgende Vorrichtung angebracht: Am vorderen Ende des Reibeklotzes *A* ist ein drehbares Metallrädchen befestigt, das in einen Stromkreis einbezogen ist. Das Rädchen kommt mit der Metallprüfunterlage in Berührung, wenn das Papier durchgerieben ist. Hierdurch schließt sich der Stromkreis, und der Apparat wird ausgeschaltet, wobei ein Klingelzeichen ertönt<sup>1</sup>.

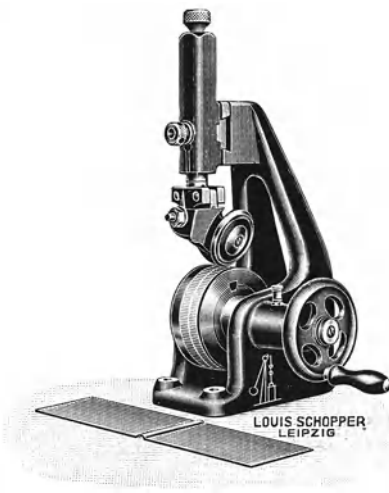


Abb. 171. SCHOPPERS Rillfähigkeitsprüfer.

#### XIV. Rillfähigkeit von Pappe und Karton.

Bei der Herstellung von Faltschachteln, Schnellheftern u. dgl. ist es von Bedeutung, Aufschluß darüber zu erhalten, ob und inwieweit das Material durch die erforderliche Anbringung von Rillen geschwächt wird. Die Prüfung erfolgt in der Weise, daß mit Hilfe des abgebildeten SCHOPPERSchen Apparates (Abb. 171) 50 mm breite Probestreifen mit einer quer zur Längsachse des Streifens verlaufenden Rille versehen und dann auf Zugfestigkeit geprüft werden.

Die Festigkeitsabnahme, die der Streifen gegenüber einem ungerillten Streifen erfahren hat, ist kennzeichnend für das Verhalten des Materials bei dieser Beanspruchung. Da es möglich ist, verschiedene Rilltiefen und -breiten einzustellen, können auch die günstigsten Arbeitsbedingungen für die Verarbeitung ermittelt werden, wobei beobachtet wird, ob der Karton beim Biegen nach dem Rillen aufplatzt.

## B. Physikalische Prüfungen.

### I. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes<sup>2</sup>.

1. Zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts von Papier kann man sich, wenn nur kleine Proben vorliegen, der in Laboratorien üblichen Trockenschränke bedienen. Man bringt das Material in ein Wägegglas, wägt und stellt das Glas mit abgenommenem Deckel in den Trockenschrank, jedoch nicht auf den Boden, da hier leicht Überhitzung eintritt, sondern auf eines der eingeschobenen Bleche. Das Thermometer wird so eingesetzt, daß sich die Quecksilberkugel unmittelbar neben dem unteren Teile des Glases befindet. Die Heizung regelt man so, daß die Temperatur dauernd zwischen 100 und 105° C liegt. Die Trocknung ist beendet, wenn zwei aufeinanderfolgende Wägungen dasselbe Ergebnis liefern, oder wenn eine Wägung ein höheres Gewicht ergibt als die vorhergehende. In diesem Fall ist die vorhergehende Wägung als Endergebnis zu betrachten. Vor den Wägungen wird der Deckel des Glases im Trockenschrank auf das Glas gesetzt und letzteres bis zur völligen Abkühlung in einen

<sup>1</sup> Zellstoff u. Papier 10 (1930) S. 331. — Paper Testing Methods 1928, S. 72.

<sup>2</sup> Eine umfassende Darstellung aller vorgeschlagenen Methoden findet sich bei ECKERT und WULFF: Beiheft zur Z: VDI Nr 39 sowie bei KNOPF: Wbl. Papierfabr. 61 (1930) S. 417 u. 62 (1931) S. 178.

Exsikkator gestellt; erst dann kommt es auf die Waage.

$$F = \frac{a-b}{a} 100 \quad [\%]^1$$

$F$  = Feuchtigkeitsgehalt,  
 $a$  = Gewicht der lufttrocknen Probe,  
 $b$  = Gewicht der absolut trocknen Probe.

2. Für die schnelle Trocknung größerer Mengen vom Probematerial (300 g und mehr) sind Trockengehaltsprüfer im Gebrauch, bei denen ein Ventilator ständig heiße Frischluft, gegebenenfalls unter Zusatz von Umluft, durch das Trockengut drückt. Die Heizung erfolgt auf elektrischem Wege, die Temperatur wird selbsttätig auf gleicher Höhe gehalten. Das Probematerial wird in Draht- oder gelochten Blechkörben in den Ofen eingebracht. Die Wägungen werden im Trockenraum unter Benutzung der angebauten Waage durchgeführt<sup>2</sup> (vgl. Abb. 172). — Eine weitere Beschleunigung der Trocknung ist mit Hilfe sog. Vortrockner möglich, durch die dem Probematerial die Feuchtigkeit weitgehend entzogen wird; damit werden die eigentlichen Trockenschränke entlastet. Die Vortrockner werden zweckmäßig bei Temperaturen zwischen 70° und 95° betrieben.

Ein nach ähnlichem Prinzip gebauter Trockenschrank für kleinere Probegutmengen ist in Abb. 173 dargestellt. Er besteht aus einem Gehäuse mit eingebautem Gebläse, elektrischem Heizkörper und Temperaturregler. Der Heißluftstrom wird nach der rechten Seite des Schrankes geleitet, die eine durch eine Tür verschließbare Kammer bildet. Diese Kammer nimmt den Trockenkorb auf, der durch ein Gehäuse mit einer

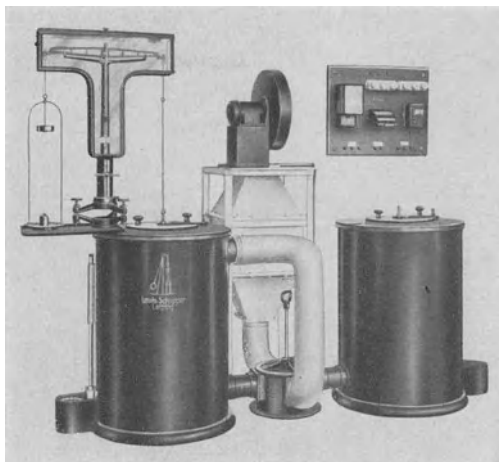


Abb. 172. SCHOPPERS Trockengehaltsprüfer mit Vortrockner.

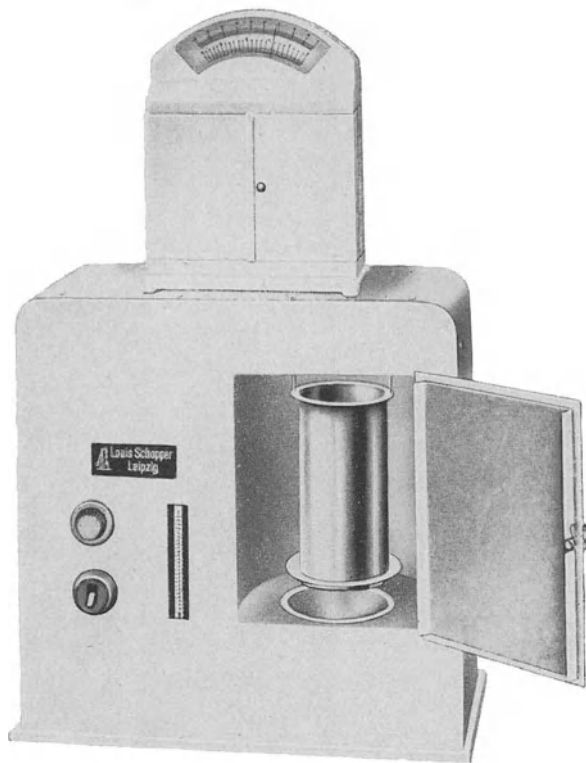


Abb. 173. SCHOPPERS Trockenschrank TSW 100 für kleine Probemengen.

Der Heißluftstrom wird nach der rechten Seite des Schrankes geleitet, die eine durch eine Tür verschließbare Kammer bildet. Diese Kammer nimmt den Trockenkorb auf, der durch ein Gehäuse mit einer

<sup>1</sup> In der Textilprüfung wird der Feuchtigkeitsgehalt in Prozenten bezogen auf das Gewicht der absolut trockenen Probe angegeben.

<sup>2</sup> Derartige Öfen werden u. a. von den Firmen Louis Schopper, Leipzig, W. C. Heräus, G. m. b. H., Hanau, und Siemens-Schuckert-Werke, Berlin, gebaut.



Zeigerwaage in Verbindung steht. Der Korb faßt Probemengen bis zu 100 g. Während der Trocknung ist er auf die Mündung des Heißluftkanals aufgesetzt, so daß die gesamte Heißluft das Prüfmaterial durchdringen muß. Die Trocknungszeit beträgt bei 105° etwa 1/2 bis 1 Stunde. Die Waage zeigt unmittelbar den Gewichtsverlust an<sup>1</sup>.

Für schnelle Serienuntersuchungen kleiner Probemengen (10 g) kommt der halbautomatisch arbeitende Trocknungsapparat nach BRABENDER<sup>2</sup> in Betracht, der eine gleichzeitige Prüfung von 10 Proben zuläßt. In einer trommelförmigen Trockenkammer (Abb. 174) sind 10 Schalen (1) auf einer drehbaren, von außen durch ein Handrad (3) zu betätigenden Scheibe (2) aufgesetzt. Das Auswechseln

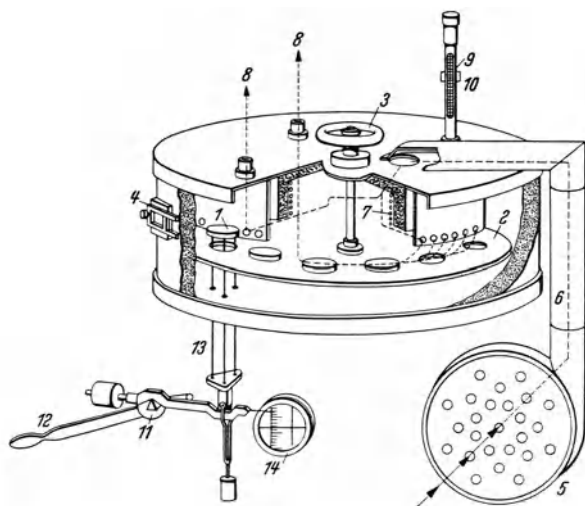


Abb. 174. BRABENDERS Trockenapparat.

der Proben erfolgt durch eine kleine Tür (4). Ein Ventilator (5) leitet Frischluft auf den elektrischen Heizwiderstand (7); die Heißluft tritt durch Abzugkanäle (8) wieder ins Freie. Die Temperatur kann zwischen 90° und 170° beliebig hoch eingestellt werden; sie wird vollautomatisch auf 1/10° konstant gehalten. Die Schalen werden auf einer analytischen Waage im Trockenraum gewogen. Durch Herunterdrücken des Hebels (12) hebt die Waagengabel (13) die darüber befindliche Schale an; der Gewichtsverlust wird

auf einer beleuchteten Projektionsskala (14) abgelesen, die in Prozent Wassergehalt geeicht ist (Genauigkeit:  $\pm 1/10\%$ ). Die Trocknungszeit beträgt je nach dem anfänglichen Feuchtigkeitsgehalt 20 bis 70 min.

3. Schnellmethoden sind auch die *Destillationsverfahren*, die darauf beruhen, daß die Probe mit einer hochsiedenden, mit Wasser nicht mischbaren Flüssigkeit erhitzt wird. Das ubergehende Wasser wird in einer Meßröhre aufgefangen und volumetrisch bestimmt. Als Destillationsmittel wurden u. a. Petroleum<sup>3</sup>, Tetrachloräthan<sup>4</sup> und Xylol vorgeschlagen. Während als Apparatur früher hauptsächlich die von SCHWALBE<sup>3</sup> angegebene benutzt wurde, werden heute Glasgeräte vorgezogen, z. B. die von PRITZKER und JUNGKUNZ<sup>5</sup> oder die von TAUSZ und RUMM<sup>6</sup>, insbesondere in Verbindung mit nicht brennbaren Mitteln (Tetrachloräthan und Acetylentetrachlorid). — Für die Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes von Papier haben sich die Destillationsverfahren nicht eingebürgert.

## II. Flächenveränderung von Papier unter dem Einfluß von Feuchtigkeit.

Bei der Beurteilung von Druckpapier, Landkartenpapier, Lochkartenkarton u. ähnl. ist es wichtig, den Einfluß zu kennen, den die Feuchtigkeit auf die

<sup>1</sup> Hergestellt von der Firma Louis Schopper, Leipzig.

<sup>2</sup> Entwickelt vom *Institut für Mehlphysik* in Duisburg. Beschrieben von K. GÖHDE, Papierfabrikant **37** (1939) S. 320.

<sup>3</sup> SCHWALBE: Papierfabrikant **6** (1908) S. 551.

<sup>4</sup> SCHLUMBERGER: Papierfabrikant **24** (1926) S. 783.

<sup>5</sup> PRITZKER u. JUNGKUNZ: *Z. anal. Chem.* **72** (1927) S. 208.

<sup>6</sup> TAUSZ u. RUMM: *Paper Ind.* **9** (1927) S. 1148.

Flächenänderung des Papiers hat. Bei der Aufnahme von Feuchtigkeit dehnt sich Papier, und umgekehrt schrumpft es bei der Trocknung. Dieses Verhalten spielt insbesondere in Druckereien eine große Rolle, die sich mit Mehrfarbendruck, Steindruck oder Offsetdruck befassen. Es wird verlangt, daß Papier, das zu solchem Zweck Verwendung finden soll, nur möglichst kleine Flächenänderung bei Aufnahme oder Abgabe von Feuchtigkeit aufweist. Wenn das Flächenveränderungsvermögen groß ist, gibt es bedeutende Schwierigkeiten beim Drucken, die sog. Paßdifferenzen.

Die Ursache der Dimensionsänderungen ist in der Quellfähigkeit der Fasern begründet. Diese Quellfähigkeit kann durch die Wahl der Rohstoffe, durch Art der Mahlung und Leimung vermindert, jedoch niemals ganz aufgehoben werden (vgl. S. 107).

Nicht immer tritt übrigens beim Feuchten eine Längenzunahme ein. Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem wurde z. B. ein Landkartenpapier untersucht, das sich bei Prüfung nach dem Verfahren von FENCHEL (siehe unten) in der Maschinenrichtung um den Betrag von 0,03% zusammenzog. Dieses anormale Verhalten hat seine Ursache vermutlich in einer starken Dehnung der noch feuchten Papierbahn bei der Herstellung auf der Papiermaschine. In dem Papier werden dadurch Spannungen hervorgerufen, die sich beim Feuchten auslösen und in der Längsrichtung ein Schrumpfen des Blattes zur Folge haben.

Bei wiederholter abwechselnder Lagerung in trockner und feuchter Luft machen sich auch hinsichtlich des Längenänderungsverhaltens *Hysteresiserscheinungen* (s. S. 102) bemerkbar, die mit denen bei der Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe parallel gehen (Abb. 175).

### 1. Apparat von FENCHEL zur Bestimmung der Paßfähigkeit<sup>1</sup> (Abb. 176). Ein

Streifen von 100 mm Länge und 15 mm Breite wird zwischen zwei Klemmen gespannt, von denen die untere fest mit einem Stativ verbunden ist. Die obere Klemme ist durch ein Gegengewicht ausgeglichen und beweglich mit dem Anzeigewerk verbunden. Der auf einen Teller aufgesetzte Wasserbehälter wird hochgehoben, so daß der Streifen in das Wasser eintaucht. Der Streifen dehnt sich und der Größtwert der Dehnung wird in Prozenten an der Skala abgelesen. Um eine Wellung des Streifens zu verhüten, wird zu dem Ausgleichsgewicht der oberen Klemme, entsprechend der Stärke des Papiers, noch ein kleines Übergewicht gelegt. Das Gewicht wird jedoch so klein gewählt, daß der Streifen dadurch keine elastische oder gar bleibende Dehnung erfährt. In gleicher Weise kann die Schrumpfung gemessen werden, wenn nach dem Herablassen des Wasserbehälters der Streifen wieder trocknet.

Für die Untersuchung des Papiers in feuchter Luft wird ein Kupferblechgefäß mitgeliefert, das die Einstellung einer bestimmten Luftfeuchtigkeit gestattet (Abb. 177). Im Unterteil des Gefäßes befindet sich ein ausziehbarer Kasten, in dem eine Wasserschale untergebracht ist. Dicht über dem Kasten ist ein Schieber angeordnet, der eine völlige oder teilweise Abdeckung der Schale und auf diese Weise eine Regulierung der Wasserverdunstung gestattet. Ein in das Blechgefäß gehängtes Hygrometer zeigt die jeweils vorhandene Luftfeuchtigkeit an.

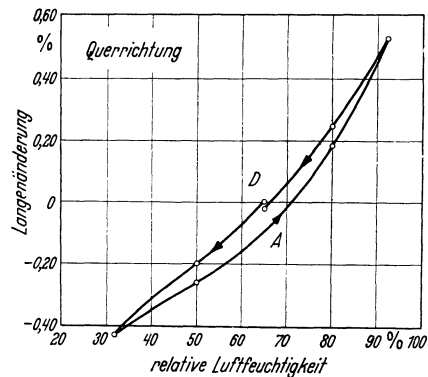


Abb. 175. Hysteresiserscheinungen bei der Längenänderung von Papier in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchtigkeit. D = Desorption; A = Absorption.

<sup>1</sup> FENCHEL: Papierfabrikant 24 (1926) Festschrift, S. 98. — Der Apparat wird von der Firma Louis Schopper, Leipzig, geliefert.

Eine Verbesserung des FENCHEL-Apparates bringt die Anordnung von RIESENFELD und HAMBURGER<sup>1</sup>, bei der durch den geschlossenen Prüfraum nacheinander Luft von verschiedener, jedoch mit Hilfe von gesättigten Salzlösungen genau eingestellter Feuchtigkeit gesaugt wird<sup>2</sup>.

2. **Apparat der Cambridge Instrument Co.**<sup>3</sup> (Abb. 178). In einem Metallkasten mit abnehmbarem Glasdeckel werden  $\frac{1}{2}$  cm breite und 10 cm lange Streifen an dem einen Ende an einen festen Bügel, am anderen Ende an einen Winkelhebel angeklemt. Durch ein kleines bewegliches Gewicht am anderen Ende des Winkelhebels werden die Streifen gespannt. Die Spannung kann zweckent-



Abb. 176. Apparat von FENCHEL zur Bestimmung der Paßfähigkeit.



Abb. 177. Apparat von FENCHEL zur Bestimmung der Längenänderung bei Einwirkung verschiedener Luftfeuchtigkeit.

sprechend geregelt werden. Durch einen außen am Kasten angebrachten Hebel können Nadeln, die sich unter den Streifen befinden, gehoben oder gesenkt werden. Bei Beginn der Prüfung wird ein trockner Luftstrom mit Hilfe eines Ventilators durch den Kasten geblasen, der die Streifen vollkommen trocknet. Dann werden die Nadeln in die Höhe getrieben, wodurch jeder Streifen gelocht wird. Die Mitte der Lochung bildet den Merkpunkt. Ein über der Glasplatte in der Längs- und Querrichtung beweglich angebrachtes Mikroskop wird nacheinander auf diese Punkte an jedem Streifen eingestellt und die „Null-Lage“ bestimmt. Nun wird Luft von dem gewünschten Feuchtigkeitsgehalt durch den Kasten geblasen und das Mikroskop wieder auf die Merkpunkte eingestellt, so daß erneute Ablesungen die Ausdehnung der Proben unter den jeweiligen Bedingungen ergeben. Die Versuche müssen jeweils für die Längs- und Querrichtung des Papiers ausgeführt werden.

<sup>1</sup> HAMBURGER, T.: Papierfabrikant **29** (1931) S. 693.

<sup>2</sup> Lieferfirma: Fuess, Berlin-Steglitz.

<sup>3</sup> Zellstoff u. Papier **10** (1930) S. 40.

**3. Komparator-Methode.** Eine sehr genaue Messung des Längenänderungsvermögens unter dem Einfluß wechselnder Luftfeuchtigkeit ist auf folgendem, im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem angewendetem Wege möglich. Auf drei Abschnitten des Papiers, die mehrere Tage bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit ausgelegen haben, werden in der Längs- und Querrichtung rund 180 mm voneinander entfernte Marken angebracht; der Markenabstand wird mit Hilfe eines ABBE-ZEISSschen Komparators auf  $\frac{1}{1000}$  mm genau gemessen. Darauf werden die Proben wiederum mehrere Tage bei etwa 92%, 35% und anschließend nochmals bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit ausgelegt. Nach jedem Ausliegen werden die Markenabstände bei der entsprechenden Luftfeuchtigkeit gemessen. Die Meßwerte der drei Proben werden gemittelt, die Längenänderung wird in Prozenten, bezogen auf den Markenabstand nach dem ersten Ausliegen bei 65%, ausgedrückt (vgl. Zahlentafel 5 auf S. 107). Bei eingehenderen Untersuchungen werden in gleicher Weise auch Zwischenwerte bei etwa 80% und 50%

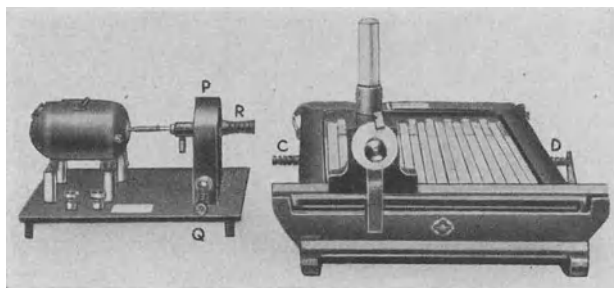


Abb. 178. Englischer Apparat zur Bestimmung der Paßfähigkeit. (Cambridge Instrument Co., Ltd. England.)

relativer Luftfeuchtigkeit bestimmt und das Ergebnis kurvenmäßig dargestellt (vgl. Abb. 175). — Neigt das Papier zum Wellen, so wird es während der Messung mit einer Spiegelglasplatte abgedeckt.

### III. Leimungsgrad — Leimfestigkeit.

**Allgemeines.** Der *Leimungsgrad* von Papier (Grad der Leimfestigkeit) ist ein Maß für die Hemmung des Saugvermögens, die in erster Linie durch Zusatz von Leimmitteln erreicht, jedoch auch von der Mahlgrad beeinflusst wird, da mit zunehmendem Mahlgrad die Saugfähigkeit abnimmt.

In der Praxis werden mit „leimfest“ schlechthin oder mit „vollgeleimt“ Papiere bezeichnet, die eine für das Beschreiben mit *Tinte* genügende Leimfestigkeit besitzen, mit „ $\frac{3}{4}$ -,  $\frac{1}{2}$ - bzw.  $\frac{1}{4}$ -geleimt“, Papiere mit einem entsprechend geringeren Leimungsgrad, wenn auch allgemein anerkannte Grenzwerte für diese *Bruchteileimungen* noch nicht bestehen. Dies hat zur Folge gehabt, daß im allgemeinen für die Beurteilung des Leimungsgrades Tinte als Prüfmittel bevorzugt wird, auch bei Papieren, die nicht zum Schreiben benutzt werden. Handelt es sich jedoch um Erzeugnisse, die bei der Verwendung oder Verarbeitung mit Flüssigkeiten in Berührung kommen, die sich gegenüber Papier anders verhalten als Tinte, so läßt sich der Einwand erheben, daß die Prüfung mit Tinte zu einer Bewertung führen kann, die der praktischen Beanspruchung des Papiers nicht entspricht. Nach KLEMM<sup>1</sup> muß daher neben Leimfestigkeitsgraden auch zwischen Leimfestigkeitsarten unterschieden werden (Tinten-, Öl-, Wasser- usw. Festigkeit). Da ferner die Saugfähigkeit von Papier in Abhängigkeit von der

<sup>1</sup> KLEMM: Papierkunde 3. Aufl., S. 217. Leipzig 1923.

Oberfläche in der Papierebene eine andere ist als senkrecht dazu (vgl. S. 216), unterscheidet CARSON<sup>1</sup> noch zwischen „Oberflächenleimfestigkeit“ und „innerer Leimfestigkeit“. Die *Oberflächenleimung* ist in erster Linie bei Schreibpapieren von Bedeutung und läßt sich nach CARSON am besten nach dem Verhalten von Tintenstrichen beurteilen.

In dem Bestreben, einerseits speziellen Bedürfnissen Rechnung zu tragen, andererseits eine Vereinheitlichung herbeizuführen, wurden im Laufe der Jahre eine große Anzahl von Prüfungsvorschlägen bekannt, von denen nur ein Teil hier genannt werden können<sup>1, 2</sup>.

### 1. Verfahren unter Anwendung gegenseitig wirkender Lösungen.

a) Nach LEONHARDI<sup>3</sup> werden auf dem zu untersuchenden Papier mit einer Ziehfeder 1 mm breite Striche mit einer neutralen Eisenchloridlösung, deren Eisengehalt 1,531% beträgt, gezogen. Nach dem Eintrocknen wird auf die Rückseite des Papiers eine geringe Menge ätherischer Tanninlösung gegossen. Ist das Papier nicht leimfest, so ist Eisenlösung durch das Blatt gedrungen, und diese Stelle färbt sich dann bei dem Aufgießen der Tanninlösung mehr oder weniger schwarz.

b) POST läßt aus einer Pipette einen Tropfen von 0,03 g der genannten Eisenchloridlösung aus 10 cm Höhe auf das zu prüfende Papier fallen. Den Tropfen läßt man so viele Sekunden auf dem Papier, wie dieses Gramm je Quadratmeter schwer ist. Nach Ablauf dieser Zeit nimmt man den Rest des Tropfens mit Filtrierpapier auf. Hat man auf diese Weise 4 bis 5 Flecke erzeugt, so behandelt man nach völligem Trocknen die Rückseite des Papiers mit Tanninlösung, wie vorher angegeben.

Von der Anwendung der *ätherischen* Tanninlösung sollte man indessen Abstand nehmen und statt dessen eine *wäßrige* Auflösung benutzen, weil Äther ein Lösungsmittel für Harz ist und deshalb trotz seiner schnellen Verdunstung in das Papier eindringen und so das Tannin in das Innere des Blattes führen kann; man hat deshalb, wenn ein schwarzer Niederschlag entsteht, nicht die Gewißheit, daß er auf der Rückseite entstanden ist; er kann sich auch im Innern des Papierblattes gebildet haben. Um dem vorzubeugen, befeuchtet man einen Wattebausch mit wäßriger Tanninlösung und fährt hiermit über die Rückseite des zu prüfenden Papiers; das auf diese Weise schwach angefeuchtete Papier wird sofort mit Fließpapier nachgetrocknet, so daß Eindringen von Feuchtigkeit in das Papier von der Rückseite her nicht zu befürchten ist.

c) SCHLUTTIG und NEUMANN haben die Ausführung der Prüfung mit Eisenchlorid folgendermaßen gestaltet<sup>4</sup>. Das Papier wird auf einem dachartigen Gestell befestigt, dessen Seitenwände mit der Tischplatte einen Winkel von 60° bilden. Aus einem Glasröhrchen, das gegen das Papier um 45° geneigt ist, läßt man eine stets gleiche Menge Eisenchloridlösung, die in 100 Gewichtsteilen 1 g Eisen (als Eisenchlorid), 1 g Gummiarabikum und 0,2 g Phenol enthält, ausfließen. Auf diese Weise erzeugt man nach jedesmaligem Verschieben des Röhrchens um 3 cm noch zwei Streifen. 15 min nach Bildung des dritten Streifens wird das Blatt umgedreht und auf der Rückseite in gleicher Weise mit wäßriger Tanninlösung (1%ige Lösung mit 0,2 g Phenol) so behandelt, daß sich die Streifen im rechten Winkel mit den auf der anderen Seite entstandenen kreuzen.

<sup>1</sup> CARSON bespricht in einer kritischen Zusammenstellung 38 Methoden [Technol. Paper Bur. Stand. Bd. 20, Nr. 326. Ref. Papierfabrikant 26 (1928) S. 609].

<sup>2</sup> Die Leimfestigkeitsprüfungen sind bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit auszuführen (vgl. S. 107). — Über die Veränderung der Leimung unter dem Einfluß des Sonnenlichtes berichtet HERZBERG (Mitt. Mat.-Prüf.-Amt. Berlin-Dahlem 1896, S. 309).

<sup>3</sup> LEONHARDI: Papierztg. 9 (1884) S. 625.

<sup>4</sup> SCHLUTTIG u. NEUMANN: Papierztg. 16 (1891) S. 1532.

Bei *nicht leimfesten* Papieren färben sich die neun Kreuzungspunkte der Streifen wenige Sekunden nach dem Herunterlaufen der Tanninlösung schwarz. Ein Papier gilt nach SCHLUTTIG und NEUMANN als *leimfest*, wenn erst nach Verlauf einiger Minuten Farbreaktionen auftreten, beginnend bei  $\frac{1}{6}$ , so daß die vier inneren Kreuzungspunkte  $\frac{1}{6}$ ,  $\frac{2}{6}$ ,  $\frac{1}{5}$  und  $\frac{2}{5}$ , deutlich grau bis schwarz, wohl auch einige der äußeren grau gefärbt sind. Zeigen die inneren Kreuzungspunkte nach 24 h nur ganz schwache graue Färbung, so gilt das Papier als *sehr leimfest*; zeigen sich nach dieser Zeit an keinem der Kreuzungspunkte Färbungen, so ist das Papier *außerordentlich leimfest*.

d) KOLLMANN<sup>1</sup> behandelt das Papier auf der einen Seite mit Phenolphthaleinlösung, auf der anderen mit Natronlauge; die Lösungen dringen in das Papier ein, und so bald sie aufeinandertreffen, entsteht eine Rotfärbung. Die Zeit zwischen dem Aufbringen der Flüssigkeiten und dem Auftreten der Färbung wird in Sekunden bestimmt, so daß die Widerstandsfähigkeit des Papiers gegen das Durchdringen der Lösungen zahlenmäßig zum Ausdruck kommt.

Die Unbrauchbarkeit dieser Methode als *allgemeine* Leimungsgradbestimmung infolge Anwendung von Natronlauge als Prüfmittel, die Harzleimung angreift, haben KLEMM<sup>2</sup> und HERZBERG<sup>3</sup> nachgewiesen. Nach KLEMM könnte man den Versuch nur zur Prüfung auf das Verhalten von Papier gegenüber *alkalischen* Flüssigkeiten gelten lassen.

e) Verfahren von STÖCKIGT<sup>4</sup> (s. S. 210). Die Durchdringungszeit, ausgedrückt in Sekunden, gibt die absolute, durch das Quadratmetergewicht des Papiers dividiert, die relative Leimfestigkeit an.

## 2. Verfahren mit Tinte als Prüfmittel.

a) **Schwimm-Methode nach KLEMM<sup>5</sup>.** Man läßt Stücke des zu prüfenden Papiers verschiedene Zeit (2, 5, 10, 20 usw. Minuten) auf Tinte schwimmen, streicht beim Herausnehmen der Blätter den größten Teil der anhaftenden Tinte am Rande des Gefäßes ab und drückt dann die Abschnitte zwischen Löschpapier ab. Das Probestück, bei dem das erste Durchdringen beobachtet worden ist, und die weiteren Stücke bis zum völligen Durchtreten geben dann ein Bild von dem Widerstand, den das Papier dem Durchdringen der Tinte entgegensetzt.

Beim Beschreiben mit Tinte kommt auch die Widerstandsfähigkeit des Papiers gegen mechanische Einflüsse, wie sie durch den *Druck* der Zieh- oder Schreibfeder hervorgerufen werden, zur Auswirkung: es gibt Papiere, die in dieser Hinsicht, wie KLEMM festgestellt hat, sehr empfindlich sind.

Um das Verhalten des Papiers gegen den Druck der Feder gesondert beurteilen zu können, empfiehlt KLEMM, auf dem Papier zunächst mit *trockner* Feder Linien zu ziehen und Wörter zu schreiben, die natürlich unsichtbar sind. Das Blatt läßt man dann 10 min auf Tinte schwimmen, die trocken beschriebene Seite der Tinte zugekehrt. Ist das Papier gegen Federdruck unempfindlich, so bleiben die Schriftzüge auch nach Einwirkung der Tinte unsichtbar, ist das Papier etwas empfindlich, so erscheinen die Schriftzüge in Form von dunklen Doppellinien, aber nur auf der mit Tinte in Berührung gewesenen Seite; ist es sehr empfindlich, so können die Schriftzüge selbst auf der Rückseite sichtbar werden.

Bemerkenswert ist, daß der Widerstand des Papiers gegen Federdruck nicht parallel verläuft mit dem gegen das Eindringen von Tinte; es gibt Papiere, die an sich sehr widerstandsfähig gegen Tinte sind, durch die Wirkung der Feder aber sehr an Widerstandsfähigkeit verlieren.

Ferner kommen bei der Beurteilung des Papiers als Schreibpapier etwaige *chemische Nachwirkungen* zwischen den Bestandteilen der Tinte und denen des Papiers in Frage, die nicht

<sup>1</sup> KOLLMANN: Zbl. Pap.-Ind. 1906, S. 681.

<sup>2</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. 41 (1909) S. 1954.

<sup>3</sup> HERZBERG: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1911, Erg.-Heft II, S. 23.

<sup>4</sup> STÖCKIGT: Wbl. Papierfabr. 51 (1920) S. 39.

<sup>5</sup> KLEMM: Papierkunde, 3. Aufl., S. 219, 307 u. 308. Leipzig 1923.

sogleich zu erkennen sind, sondern erst allmählich, namentlich beim Vorhandensein genügender Feuchtigkeit, eintreten und nachträglich weiteres Eindringen der Tinte in den Papierkörper bewirken können. Auf diese Nachwirkungen prüft KLEMM in der Weise, daß er den Schwimmversuch nach einigen Tagen mit einer neuen Probe wiederholt. Zeigt dann die Rückseite des zweiten Blattes anderes Aussehen als die des ersten, so hat man mit Nachwirkungen zu rechnen.

**b) Verfahren nach HENNIG<sup>1</sup>.** In ähnlicher Weise wie KLEMM verfährt HENNIG. Zur Beurteilung des Leimungsgrades gelten die Unterschiede in der Anfärbung der der Tinte zugewandten Seite der Proben, die mit dem PULFRICH-Photometer (s. S. 261) bestimmt werden. Bei der Messung wird die Helligkeit der angefärbten Papierflächen mit der Helligkeit einer unbehandelten Probe des gleichen Papiers verglichen.

**c) Bestimmung der Saugzone nach KLEMM<sup>2</sup>.** Diesem Verfahren, das sich nach KLEMM für die Anwendung verschiedener Flüssigkeiten als brauchbar erwiesen hat und von BRECHT und LIEBERT insbesondere für die Benutzung von Tinte weiter ausgebaut worden ist, liegt folgendes Prinzip zugrunde. Wenn auf Papier, dessen Saugfähigkeit durch Leimung nur zum Teil aufgehoben ist, ein Tropfen Wasser gebracht wird, so bildet sich um die Berührungsstelle herum ein Saughof von annähernd elliptischer Form, der um so schneller wächst, je saugfähiger das Papier ist. Die Größe dieses Saughofes nach bestimmter Versuchsdauer gilt dann als Maß für den Grad der Leimung.



Abb. 179. Leimungsgradprüfer nach KLEMM.  
(Louis Schopper, Leipzig.)

Für die Bestimmung benutzt KLEMM folgende Einrichtung. In der Mitte der mit destilliertem Wasser oder einer anderen Flüssigkeit gefüllten Glasschale ist ein zylindrisches Saugsäulchen von 10 mm Dmr. angeordnet (Abb. 179). Das Säulchen, das die gleiche Höhe wie der Schalenrand besitzt, besteht aus ausgestanzten Löschpapierblättern, die in der Mitte durchlocht und auf einem, den Schalenrand überragenden Dorn aufgereiht sind. Zur Prüfung wird die ebenfalls mit einer Lochung versehene Probe auf den Dorn so aufgesetzt, daß sie in der Mitte auf dem Säulchen, außen auf dem Schalenrand zu liegen kommt. Beim Aufsaugen der Flüssigkeit entsteht nun ein Saughof, dessen Achsenlängen nach einer Versuchsdauer von 10 min gemessen werden. Um die Messung zu erleichtern, werden auf den Prüfblättern zwei in der Mitte der Probe sich senkrecht kreuzende Linien aufgezeichnet, auf denen bei Beendigung des Versuches die Saugstrecken längs und quer rasch markiert werden können.

*Abgeänderte Methode nach BRECHT und LIEBERT<sup>3</sup>.* Die Verfasser haben das Verfahren bei Verwendung von Tinte nachgeprüft und weisen darauf hin, daß die Tinte schon im Augenblick des Aufsetzens der Probe die Möglichkeit hat, durch die Lochung in das Blattinnere zu treten und sich dort auszubreiten. Da jedoch anzunehmen ist, daß die Papieroberfläche auch bei den im Stoff geleimten Papieren eine größere Leimfestigkeit besitzt als das Blattinnere, wird ein Saugsäulchen ohne Dorn benutzt, wodurch sich die Lochung der Probe erübrigt. Ferner hat sich als Material für das Saugsäulchen Löschpapier infolge Farbstoffabsonderung bei Verwendung von Tinte als wenig geeignet erwiesen und wird durch porösen Filterstein oder gelochtes Porzellan ersetzt. Um eine Hemmung des Tintenzuflusses zu vermeiden, ist der Durchmesser der Säule, die oben zur

<sup>1</sup> HENNIG: Papierfabrikant **34** (1936) S. 169.

<sup>2</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. **67** (1936) S. 816.

<sup>3</sup> BRECHT u. LIEBERT: Papierfabrikant **39** (1941) S. 97.

Erhöhung der Meßgenauigkeit mit einer scharfen Kante versehen ist, von 10 auf 20 mm erhöht worden. Die Ausführung der Methode gestaltet sich nach BRECHT und LIEBERT folgendermaßen:

Das Saugsäulchen wird in die Mitte einer flachen Schale gestellt, über deren Rand es um 1 mm herausragt. Darauf wird die Schale mit Tinte gefüllt. Der Tintenspiegel soll etwa 3 mm unter der Oberkante der Saugsäule gehalten werden, damit ein Hochziehen der Prüflüssigkeit an das Papier außerhalb des Säulchens vermieden wird. Verwendet man ein feingelochtes Porzellanblättchen als Säulenoberteil, das auf einem Tragkörper von größerer Lochung ruht, so soll dieser Tragkörper aus demselben Grund einen um einige Millimeter geringeren Durchmesser besitzen.

Während man das Prüfblatt auf die mit Tinte gefüllte Prüfvorrichtung auflegt, wird eine Stopp- oder Kurzzeitweckuhr in Gang gesetzt. Daraufhin belastet man das Prüfblatt mit einem zylinderförmigen Glaskörper von 20 g Gewicht und 18 mm Dmr. Das Glasgewicht soll möglichst genau mitten über der Saugsäule stehen. Nach einer Einwirkungszeit von 10 min hebt man das Glasgewicht und dann das Prüfblatt senkrecht nach oben ab. Das Blatt wird auf der Unterseite, und wenn notwendig auch auf der Oberseite, gut abgelöscht. Sogleich nach dem Ablöschen mißt man auf der Blattunterseite die Ausdehnung des Saugfeldes. Hat der Saughof eine elliptische Form angenommen, so werden die beiden Hauptachsen gemessen und das Mittel bestimmt. Als Saugzone gilt der halbe mittlere Saughofdurchmesser abzüglich des halben Durchmessers der Saugsäule.

d) **Verfahren nach UNO ALBRECHT<sup>1</sup>.** Benutzt wird der in Abb. 180 wiedergegebene Apparat. Die eine von zwei übereinander angeordneten Glaskugeln dient zur Aufnahme der Tinte, in die andere ragt von oben ein Glasrohr hinein, das an seinem oberen Ende mit dem zu untersuchenden Papier verschlossen wird. Dreht man den Apparat um seine waagerechte Achse, so fließt die Tinte in die nunmehr unten befindliche Kugel mit dem Papierverschluß, wobei sich das eingesetzte Glasrohr füllt. Es wirkt also ein stets gleichbleibender Druck auf das Papier. Das Durchschlagen der Tinte wird an einem unter dem Apparat angebrachten Spiegel beobachtet. Der Versuch gilt als beendet, wenn das Papierblatt infolge des Durchschlagens der Tinte ein marmorartiges Bild gibt.

e) **Verfahren nach BRECHT und LIEBERT<sup>2</sup>.** Um die Durchdringungszeit objektiv erfassen zu können, verwenden BRECHT und LIEBERT in Anlehnung an einen Vorschlag von HAMMOND<sup>3</sup> eine Photozelle. Das neu entwickelte Gerät (Abb. 181) schließt verschiedene Nachteile aus, die sich bei der HAMMONDSchen Versuchsanordnung gezeigt haben und wird von den Autoren wie folgt beschrieben:

Im Unterteil ist der Behälter für die Prüflüssigkeit eingebaut. Als Prüflüssigkeit wird Pelikantinte 4001 von Günther Wagner benutzt. Mit dem Unterteil durch ein Scharnier verbunden, ist das Oberteil, in dem die Beleuchtung und ein Photoelement sitzen. Der Behälter für die Prüflüssigkeit ist in einen kleinen Holzblock eingelassen. Behälter und

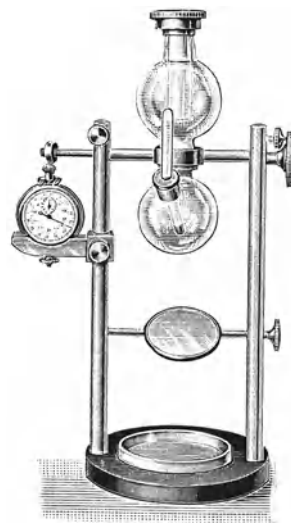


Abb. 180. Leimungsgradprüfer nach U. ALBRECHT. (K. Reyl, Leipzig.)

<sup>1</sup> ALBRECHT, U.: Pappers och Trävarutskrift för Finland 1926, Nr. 10. Ref. Wbl. Papierfabr. 57 (1926) S. 833.

<sup>2</sup> BRECHT u. LIEBERT: Papierfabrikant 39 (1941) S. 97.

<sup>3</sup> HAMMOND: Paper Trade J. Bd. 103 (1936) Nr. 21, S. 37.



Holzblock werden durch eine Hartgummiplatte abgedeckt, die in ihrer Mitte eine Öffnung besitzt. In diese ist ein poröser Filterstein (Diatom ultra, Firma L. Hormuth, Heidelberg) von 60 mm Dmr. und 30 mm Höhe eingesetzt. Er taucht unten in den Behälter ein und schließt oben mit der Oberseite der Hartgummiplatte bündig ab. — Über dem Filterstein befindet sich eine als Probenfenster dienende freie Öffnung des Oberteiles. Sieben auf einem Kreisumfang verteilte, von einer Stromquelle konstanter Spannung gespeiste Lämpchen strahlen die Öffnung durch zwischengeschaltete Blenden so an, daß ein vor dem Fenster liegendes ebenes Blatt das Licht nur diffus auf das über dem Fenster angeordnete Photoelement (Type S 60, Firma Dr. Lange, Berlin-Dahlem) reflektieren kann. Der erzeugte Strom kommt durch ein grob- und feinregelbares Lichtzeigergalvanometer (Multiflex-Galvanometer MG 2, Firma Dr. Lange, Berlin-Dahlem) zur Anzeige.

Das stromlose Galvanometer zeigt den Wert 0 an. Legt man eine Probe vor das Probenfenster, so macht der Lichtzeiger einen positiven Ausschlag. Dieser Ausschlag wird mit Hilfe der Empfindlichkeitsregelung auf einen für alle Untersuchungen gleichen Wert  $+ a$  eingestellt. Völlig von Tinte durchdrungene Papierblätter zeigen einen nahe bei Null liegenden Wert ( $+ b$ ) an. Wenn man die Zeitdauer, in der das Rückstrahlungsvermögen von  $+ a$  auf  $+ b$  abfällt, als Meßwert benutzen wollte, so würde bei der Mehrzahl der geleimten Papiere

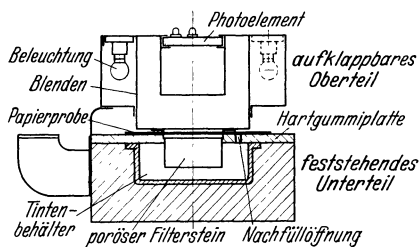


Abb. 181. Einrichtung für die Schwimmprobe nach BRECHT und LIEBERT.

die Prüfung übermäßig viel Zeit in Anspruch nehmen. Deshalb begnügt man sich damit, mit der Stoppuhr die Zeit zu messen, in der das Rückstrahlungsvermögen infolge der Durchdringung um die Hälfte des möglichen Betrages abgesunken ist.

Der Bereich der geleimten Papiere umfaßt die bequem und sicher erfassbaren Meßwerte von 1 bis 20 und mehr Minuten. Dagegen scheiden leimfeste Kartons und Pappen für die Messung aus, weil hier

die Meßdauer zu groß ist. Auch transparente und dunkle Papiere können nicht geprüft werden. Bei hellfarbigen Papieren dagegen läßt sich der durch die Abweichung von Weiß bedingte Fehlwert durch die der eigentlichen Messung vorausgehende Bestimmung eines Faktors korrigieren.

#### f) Federstrichmethode.

1. Nach der ursprünglichen, von HERZBERG angegebenen Methode wurde das Verfahren wie folgt ausgeführt: Mit mehreren Handelstinten<sup>1</sup> verschiedener Zusammensetzung werden auf beiden Seiten der Probe unter Verwendung einer Ziehfeder an einem Lineal entlang Striche von verschiedener Breite *untereinander*<sup>1</sup> gezogen, wobei auf die Einhaltung von möglichst gleicher Ziehgeschwindigkeit, gleichem Druck und gleicher Neigung der Feder zum Papierblatt zu achten ist. Die Feder ist vor jedem Strich bis zu einer Höhe von  $\sim 10$  mm neu zu füllen. Die Strichbreite wird, etwa bei  $\frac{1}{4}$  mm beginnend, von Versuch zu Versuch um  $\frac{1}{4}$  mm gesteigert, bis die Tinte durchschlägt. Nach dem Eintrocknen der Tinte, am besten erst nach einigen Tagen, da mitunter mit Nachwirkungen der Tinte zu rechnen ist, wird festgestellt, bei welcher Strichbreite die Tinte ausläuft oder durchschlägt. Das Urteil lautet dann: „Leimfest für Strichbreiten bis zu . . . mm.“ Die Strichbreite, bis zu der die Tinte vom Papier gehalten wird, kann als kritische Strichbreite bezeichnet werden<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> In der Praxis ist die Beurteilung der Leimfestigkeit nach dem Verhalten *gekreuzter* Striche sehr verbreitet; sie ist aber nicht einwandfrei. Die zuerst gezogenen Linien erweichen das Papier; beim Kreuzen dieser Stellen kann die Feder das Papier leicht beschädigen, und die Tinte dringt dann hier naturgemäß stärker durch als an unbeschädigten Stellen.

<sup>2</sup> Gewöhnliche Schreibpapiere von etwa 70 bis 100 g Quadratmetergewicht wurden bis zur Normung der Federstrichmethode als „leimfest“ angesehen, wenn  $\frac{3}{4}$  mm breite Striche weder ausliefen noch durchschlugen.

**2. Verfahren nach DIN 53414.** Wenn sich auch bei der Ausführung der Federstrichmethode und bei der Beurteilung der Ergebnisse subjektive Einflüsse nicht vollständig ausschalten lassen, so hat das Verfahren den großen Vorteil, daß es sich der praktischen Beanspruchung von Schreibpapieren in hohem Maße anpaßt. Infolgedessen hat es sich im In- und Ausland als Gebrauchswertprüfung behauptet und ist im Deutschen Verband für die Materialprüfungen der Technik unter der Bezeichnung „Bestimmung der Tintenfestigkeit von Schreibpapieren nach dem Federstrichverfahren“ genormt worden.

*Grundlagen für die Normung der Federstrichmethode.*

*α) Versuchsbedingungen.* Die Einflüsse der Versuchsbedingungen auf die Ergebnisse der Federstrichmethode sind von LIEBERT<sup>1</sup> untersucht worden. Auf Grund der Erkenntnis, daß die Tintenmenge, die auf die Flächeneinheit des Striches gelangt ( $\text{mg}/\text{cm}^2$ ), ein Maß für die Beanspruchung des Papiers darstellt, kommt LIEBERT zu folgenden Feststellungen:

*Druck der Ziehfederspitze auf das Papier.* Beim Ziehen von Strichen mit einer Ziehfeder ist die spezifische Tintenabgabe von dem auf die Feder innerhalb normaler Grenzen ausgeübten Druck (10 bis 150 g) unabhängig.

*Füllhöhe der Tinte in der Ziehfeder.* Die spezifische Tintenabgabe nimmt bei der Inanspruchnahme eines stets gleichen Füllhöhenunterschiedes mit wachsender Höhe der Füllung immer stärker zu.

*Schräglage der Ziehfelder zum Papierblatt.* Bezogen auf den Tintenverbrauch bei einer Neigung der Feder von  $45^\circ$  tritt bei  $60^\circ$  eine Zunahme, bei  $30^\circ$  eine Abnahme der spezifischen Tintenabgabe ein entsprechend der Zu- bzw. Abnahme der Druckhöhe der Tintenfüllung.

*Ziehgeschwindigkeit.* Die spezifische Tintenabgabe nimmt mit steigender Ziehgeschwindigkeit der Feder bis etwa 10 cm/s zu und bleibt von da ab konstant.

*Strichbreite.* Die Beziehung zwischen Strichbreite und spezifischer Tintenabgabe folgt einer Exponentialfunktion, die für verschiedene Papiere geringe Unterschiede aufweist. Nur bis zu Strichbreiten von etwa 0,8 mm steigt die durch den Tintenauftrag erfolgende Beanspruchung des Papiers ungefähr mit dem Maß der Strichbreite. Bei größeren Strichbreiten nimmt die Beanspruchung viel stärker zu als die Breite der Striche. Mit einer Zweizungenfeder lassen sich ohne Schwierigkeiten Striche bis 1,5 mm Breite ziehen. Striche von 2 mm und größerer Breite erfordern, um beim Ziehen gleichmäßige Tintenabgabe zu erzielen, die Verwendung einer Dreizungenfeder; bei gleicher Strichbreite liegen aber dann die spezifischen Tintenaufträge viel niedriger als bei einer Zweizungenfeder infolge größerer Adhäsionskräfte der mit einer größeren Berührungsfläche zwischen Tinte und Feder ausgestatteten Dreizungenfeder.

Diese Versuchsergebnisse bildeten die Grundlage für die Festlegung der Ausführungsbestimmungen des Verfahrens, wie sie in den unten aufgeführten Normen niedergelegt sind.

*β) Prüfgerät.* Zum Ziehen der Striche wurde die Zweizungenfeder Nr. 758 der Firma E. O. Richter & Co., Chemnitz, vorgeschrieben, die das NOLLSche Ziehgerät<sup>2</sup> besitzt. Dies Gerät ist besonders deshalb zu empfehlen, weil bei seiner Verwendung der in der Norm festgelegte Winkel zwischen Feder und Papierblatt zwangsläufig eingehalten und ein Verkanten der Feder vermieden wird.

<sup>1</sup> LIEBERT, E.: Beiträge zur Prüfung von Papieren auf ihr Verhalten gegen Tinte. Diss. Technische Hochschule Darmstadt 1941.

<sup>2</sup> NOLL, A.: Papierfabrikant **36** (1938) S. 351.

Die in Abb. 182 veranschaulichte Einrichtung<sup>1</sup> besteht aus einem kleinen Fahrgestell (*c*), mit der die Ziehfeder (*a*) durch eine Buchse (*b*) verbunden ist. Auf der Einstellschraube der Feder ist eine Millimeterskala angebracht. Zur Bedienung des Gerätes hat das Fahrgestell eine Handhabe (*d*), die so angeordnet ist, daß die Feder mit stets gleichmäßigem Druck über das Papier gleiten kann. Eine Anlegeleiste (*e*) ermöglicht, die Feder an einem Lineal entlang zu führen.

γ) *Prüftinte*. Da sich die im Handel befindlichen Tintensorten in bezug auf Auslaufen und Durchschlagen verschieden verhalten, benutzte HERZBERG für die Federstrichmethode 4 Tinten verschiedener Zusammensetzung<sup>2</sup>. Für die Normung des Verfahrens war jedoch die Einführung einer einzigen Prüftinte erwünscht, um auch in dieser Hinsicht zu einer Vereinheitlichung zu kommen. Bei der Festlegung der Prüftinte war der Grundsatz maßgebend, eine Tinte auszuwählen, die das Papier nicht weniger beansprucht als die üblichen Handelstinten, aber auch nicht übertrieben hohe Anforderungen an die Leimfestigkeit des Papiers stellt, wobei in erster Linie die Eisengallustinten zu berücksichtigen waren, da sie bei weitem am stärksten an dem gesamten Tintenverbrauch beteiligt sind. Nach Untersuchungen von BRECHT und LIEBERT<sup>3</sup>, zu denen 15 Tinten von 3 führenden Herstellerfirmen herangezogen wurden, erwies sich eine Eisengallus-Füllhaltertinte der Firma Günther Wagner, Hannover,

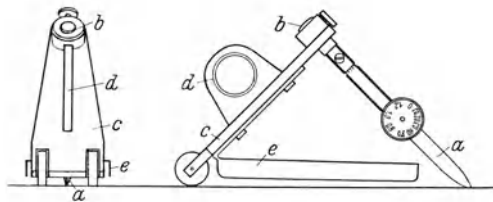


Abb. 182. Gerät zum Ziehen von Federstrichen nach NOLL.

am geeignetsten. Sie wird von der genannten Firma als Prüftinte in stets gleicher Zusammensetzung hergestellt und für den Vertrieb bereitgehalten<sup>4</sup>.

*Ansprüche, die an tintenfestes Schreibpapier zu stellen sind.* Bei Untersuchungen über die Beziehungen, die zwischen Leimfestigkeit und Flächengewicht bestehen, kommen BRECHT und LIEBERT<sup>5</sup> zu dem Ergebnis, daß man ein Schreibpapier als tintenfest bezeichnen kann, wenn Striche, deren Breite (in mm)  $\frac{1}{100}$  des Flächengewichtes (in  $\text{g}/\text{m}^2$ ) beträgt, weder durchschlagen noch auslaufen. In den nachstehenden Normen ist von diesem Vorschlag insofern abgewichen worden, als zur Sicherstellung einer randfesten Beschriftung auch von Schreibpapieren unter  $80 \text{ g}/\text{m}^2$  verlangt wird, daß  $0,8 \text{ mm}$  breite Striche nicht *auslaufen*. Andererseits sollen zur Vermeidung eines unnötigen Leimverbrauches Papiere von mehr als  $80 \text{ g}/\text{m}^2$  im allgemeinen als tintenfest angesehen werden, wenn  $0,8 \text{ mm}$  breite Striche nicht auslaufen und nicht durchschlagen<sup>6</sup>.

<sup>1</sup> Zu beziehen durch die Zellstoffabrik Waldhof, Werk Mannheim, in Mannheim-Waldhof.

<sup>2</sup> Alizarintinte und Eisengallustinte von Leonhardi, Dresden, Normaltinte von Beyer, Chemnitz und Pelikantinte 4001 von Günther Wagner, Hannover.

<sup>3</sup> Nach einer privaten Mitteilung der Verfasser.

<sup>4</sup> Da die Einwirkung von Tinte auf Papier in sehr empfindlicher Weise von der Zusammensetzung der Tinte auch hinsichtlich Zusatzmittel und der Herkunft der verwendeten Rohstoffe abhängig ist, wurde von NOLL (Merkbl. 20 des Vereines der Zellst.- u. Papier-Chem.- u. Ing.) vorgeschlagen, an Stelle einer Prüftinte ein seiner Zusammensetzung nach genauer definiertes Reagens von tintenartigem Charakter zu verwenden. Voraussetzung für den Gebrauch eines solchen Reaktives wäre jedoch volle Übereinstimmung in seinem Verhalten gegenüber Papieren verschiedener Beschaffenheit mit der sich als geeignet erwiesenen Prüftinte, und zwar nicht nur bei der Federstrichmethode, sondern auch bei empfindlicheren Verfahren, wie z. B. bei der Tintenschwimmprobe nach BRECHT und LIEBERT (s. S. 197). Da die bis zur Zeit der Normung vorgeschlagenen Reagenzien dieses Erfordernis nicht ausreichend erfüllten, hat man sich bei der Festlegung der Federstrichmethode für die obengenannte Prüftinte entschlossen.

<sup>5</sup> Nach einer privaten Mitteilung der Verfasser.

<sup>6</sup> Bei Papieren, die nur auf einer Seite beschrieben werden, wie Briefumschlagpapier, kann man sich mit der Forderung begnügen, daß die Striche scharfe Ränder aufweisen; ob sie Neigung zum Durchschlagen zeigen, ist praktisch nicht von Belang.

*Ausführung der genormten Prüfung (Din 53414)<sup>1</sup>.*

1. *Proben.* Die Zahl der Proben soll mindestens 5 betragen, ihre Größe das Normformat DIN A 5 möglichst nicht unterschreiten. Sie sind vor der Prüfung mindestens 12 h lang bei  $65 \pm 2\%$  relativer Luftfeuchtigkeit und Zimmertemperatur ( $18^\circ$  bis  $25^\circ$  C) auszulegen, um praktisch Gleichgewichtszustand zwischen dem Feuchtigkeitsgehalt der Luft und dem der Proben zu erreichen, und unter den gleichen klimatischen Bedingungen zu prüfen.

2. *Gerät.* Zum Ziehen der Striche ist die Zweizungen-Ziehfeder Nr. 758 mit 50 mm Zungenlänge der Firma E. O. Richter & Co., Chemnitz, zu verwenden. Die Feder soll mit einer Einstellscheibe versehen sein, deren Teilung den Strichbreiten der Zeichnungsnorm DIN 15 angepaßt ist. Zu empfehlen ist das Ziehgerät nach A. NOLL, das die vorgenannte Feder besitzt und bei dessen Verwendung die für das Ziehen der Striche vorgeschriebenen Bedingungen zwangsläufig eingehalten werden. Die Feder ist nach deutlich erkennbarer Abnutzung zu erneuern.

3. *Prüftinte.* Die Prüftinte ist in kleinen Flaschenfüllungen von der Firma Günther Wagner, Hannover, unter der Bezeichnung „Prüftinte B 127/1792 nach DIN 53414“ zu beziehen, unter gutem Verschuß zu halten und etwa alle halben Jahre zu erneuern.

4. *Einstellen der Ziehfeder.* Nach Feststellung des Quadratmetergewichtes der Proben nach DIN DVM 3411 ist die nach Absatz 9 anzuwendende Strichbreite zu ermitteln und nach Rundung auf 0,1 mm an der Ziehfeder einzustellen. Folgen auf die zu rundende Stelle die Ziffern 1 bis 5, so ist abzurunden, andernfalls aufzurunden. Die richtige Einstellung der Feder muß mit einer Dickenlehre nachgeprüft werden.

5. *Füllen der Ziehfeder.* Die Feder ist mit der Prüftinte 10 mm hoch zu füllen. Die Füllhöhe darf während des Ziehens der Striche nicht unter 5 mm herabgehen. Aus diesem Grunde ist die Feder vor jedem Strich neu aufzufüllen.

6. *Ziehen der Striche.* Auf *beiden* Seiten jeder Probe sind untereinander 4 Striche ohne Verkanten der Feder an einem Lineal entlang zu ziehen unter Einhaltung eines Winkels von  $45^\circ$  zwischen Feder und Papierfläche und unter Vermeidung eines Druckes, der die Papieroberfläche verletzen könnte.

7. *Strichlänge.* Die Strichlänge soll 15 cm betragen.

8. *Ziehgeschwindigkeit.* Die Ziehgeschwindigkeit soll mindestens 10 cm je Sekunde betragen.

9. Die *Beurteilung* der Proben erfolgt 24 h nach Ausführung des Versuches, um etwaige Nachwirkungen der Tinte mit zu erfassen. Bei der Feststellung, ob die Striche auslaufen oder durchschlagen, sind  $2\frac{1}{2}$  cm am Anfang und Ende der Striche außer Betracht zu lassen.

Als tintenfest werden Schreibpapiere bis zu  $80 \text{ g/m}^2$  bezeichnet, wenn

- a) Striche von einer Breite von 0,8 mm nicht auslaufen und
- b) Striche von einer Breite, die dem Verhältnis

$$\frac{\text{Quadratmetergewicht (g)}}{100} = \text{Strichbreite in mm} \quad (1)$$

entspricht, nicht durchschlagen.

Schreibpapiere von mehr als  $80 \text{ g/m}^2$  gelten als tintenfest, wenn 0,8 mm breite Striche weder auslaufen noch durchschlagen.

<sup>1</sup> Wiedergegeben mit Genehmigung des deutschen Normenausschusses. Maßgebend ist die jeweils letzte Ausgabe des Normenblattes im Format DIN A 4. Das Normblatt ist zu beziehen beim Beuth-Vertrieb GmbH., Berlin SW 68.

Sofern für bestimmte Schreibpapiersorten im Hinblick auf ihren Verwendungszweck höhere Anforderungen zu stellen sind, müssen diese vereinbart werden.

**Besonderheiten bei einseitig glattem Papier und bei bedrucktem Schreibpapier.**

Bei *einseitig glatten Papieren* verhalten sich beide Seiten Tinten gegenüber oft verschieden. In solchen Fällen zeigt die Tinte auf der glatten Seite mehr Neigung zum Auslaufen als auf der rauhen, schlägt aber meist von der glatten Seite nach der rauhen weniger durch als umgekehrt<sup>1</sup>. — Schreibpapiere, die mit *Aufdruck* versehen sind, wie Geschäftsbücherpapiere, Standesamtsregister, Rechnungsvordrucke usw. haben zuweilen an den vom Druck getroffenen Stellen, vermutlich durch den Firnis der Druckfarbe, ihre Leimfestigkeit verloren, so daß die Tinte an diesen Stellen ausläuft oder durchschlägt, während das Papier im übrigen leimfest ist. Das gleiche wurde gelegentlich an Briefumschlägen beobachtet, deren

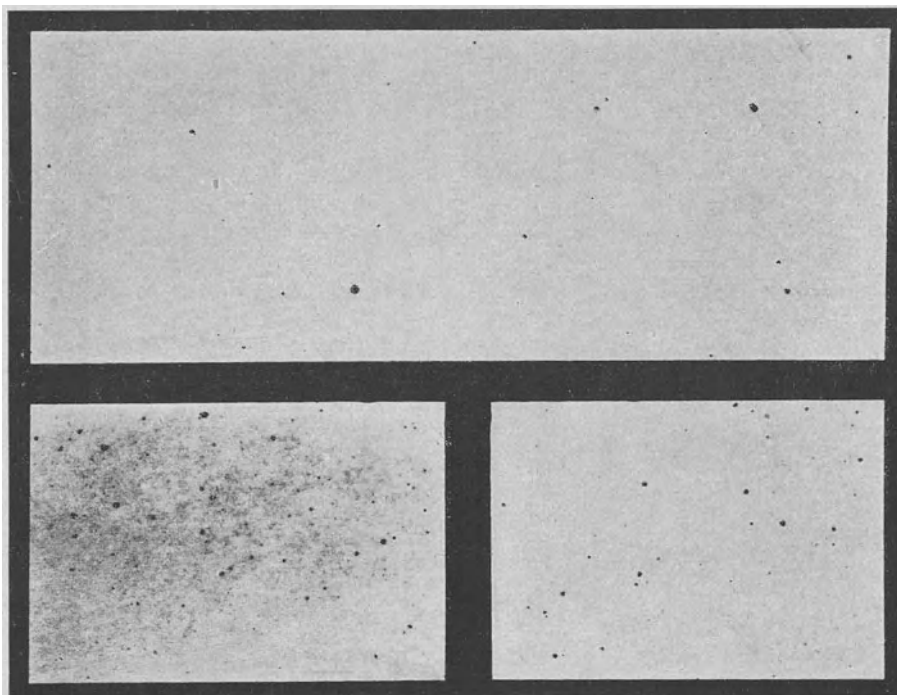


Abb. 183. Prüfung auf Gleichmäßigkeit der Leimung.

Innenseite zur Verhinderung des Durchscheinens mit einem Aufdruck versehen war. Bei Begutachtung der Leimfestigkeit bedruckter Schreibpapiere ist demnach, falls sich mangelhafte Leimung zeigt, festzustellen, ob das Papier an sich ungenügend geleimt ist oder nur an den bedruckten Stellen, da nur so entschieden werden kann, ob das Papier oder das Bedrucken schuld an dem Übelstand hat.

**g) Prüfung auf Gleichmäßigkeit der Leimung.** Außer der Schwimmmethode nach KLEMM (vgl. S. 195) gibt das Bepinseln einer größeren Papierfläche mit Tinte einen Anhalt zur Beurteilung der Gleichmäßigkeit der Leimung und läßt diejenigen Papiere leicht und schnell erkennen, die die Tinte punktförmig durchlassen, sonst aber leimfest sind. Auf das Vorkommen derartiger Fälle ist in der Fachliteratur wiederholt hingewiesen<sup>2</sup>. Sie treten auf, wenn das Papier Bestandteile enthält, die das Leimen an der betreffenden Stelle verhindern (Chlorkalkteile, Füllstoffklümpchen usw.).

<sup>1</sup> Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1906, S. 214. — Papierztg. **31** (1906) S. 4094. — Wbl. Papierfabr. **37** (1906) S. 3717.

<sup>2</sup> HERZBERG: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1897, S. 85 u. 1906 S. 217.

Die Stellen, an denen die Tinte durchdringt, sind im Papier vorher nicht zu erkennen; sie zeigen sich aber sofort als helle und durchscheinende Stellen, wenn man es einige Sekunden in Wasser taucht. Nach dem Trocknen des Bogens sind sie wieder unsichtbar. Infolge des punktförmigen Durchdringens der Tinte ist das Papier für beiderseitiges Beschreiben meist ungeeignet, und es erfolgt dann häufig Beanstandung.

Abb. 183 zeigt die Art dieses Durchdringens an der Rückseite von drei Papierabschnitten, die auf der Vorderseite teils beschrieben (die obere größere Probe), teils mit Tinte bepinselt wurden (die zwei kleineren unteren Proben).

### 3. Verfahren mit Wasser als Prüfmittel.

- a) **Trockenindikatormethode** s. S. 210 f.
- b) **Schwimmkammermethode nach NOLL und PREISS** s. S. 211.
- c) **Bestimmung der Saugzone nach KLEMM** s. S. 196. Bei Verwendung von Wasser als Prüfmittel gibt KLEMM folgende Grenzwerte für die Leimungsgradstufen an:

Leimungsgrad	1/4-geleimt	1/2-geleimt	3/4-geleimt	mangelhaft geleimt	leimfest
Saughofdurchmesser in mm }	15 bis 10	10 bis 5	5 bis 1	1 bis 0	0

d) **CURL-Methode<sup>1</sup>**. Das in Amerika vielfach angewendete Verfahren wird mit Hilfe eines von CARSON angegebenen Apparates ausgeführt. Es beruht auf folgender Beobachtung: Wird ein diagonal zur Maschinenrichtung geschnittener Papierstreifen von unten befeuchtet, so rollt er sich infolge der durch die Faserquellung bedingten Ausdehnung der Unterseite schneckenförmig zusammen. Wenn das Wasser weiter eindringt und die Mittelebene des Papiers überschritten hat, beginnt die Oberseite sich ebenfalls auszudehnen und damit der Streifen sich wieder zu strecken. Das Eindringen des Wassers wird um so langsamer vor sich gehen, je stärker das Papier geleimt ist. Maßgebend für den Grad der Leimung ist deshalb die Zeit von der Berührung des Papiers mit dem Wasser bis zu dem Augenblick, in dem sich die Probe zu entrollen beginnt. Für einen Vergleich von Papieren verschiedener Dicke dient die relative Leimfestigkeit, ausgedrückt durch den Quotient  $\frac{\text{Zeit}}{\text{Dicke}^2}$ . Abb. 184 zeigt die Einrichtung des Apparates.

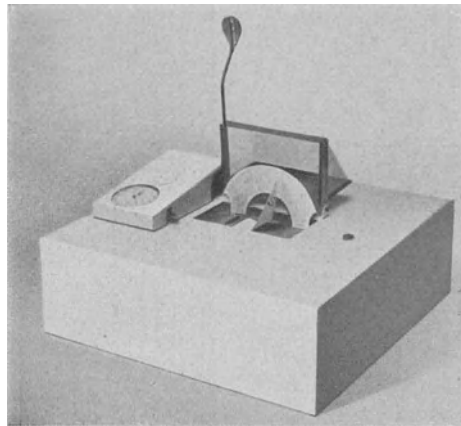


Abb. 184.  
CURL-Apparat für die Bestimmung des Leimungsgrades.

### 4. Verfahren mit Öl, Druckfarbe u. dgl. als Prüfmittel.

Von den bereits genannten Verfahren eignen sich verschiedene auch für die Anwendung nichtwäßriger Lösungen als Prüfmittel. So können z. B. die

<sup>1</sup> Technol. Pap. U. S. Bur. Stand. Nr. 326; Paper Testing Methods 1928, S. 78.

Schwimmethode und die Bestimmung der Saugzone nach KLEMM dazu benutzt werden, den Grad des Eindringens von Druckfirnis, Streichmasse, Lacken u. dgl. in das Papier festzustellen. Auch das Gerät von U. ALBRECHT hat sich nach DRECHSEL<sup>1</sup> zur Bestimmung der Durchdringungszeit von Leinöl als brauchbar erwiesen. Für die Anwendung von Druckfarbe als Prüfmittel wird auf die im Abschnitt „Drucktechnische Prüfung“ S. 272 beschriebenen Verfahren von HAMMOND und von J. ALBRECHT verwiesen.

### 5. Verfahren auf Grund der Leitfähigkeitsmessung.

In Amerika sind eine Reihe von Verfahren entwickelt worden mit dem Ziele, den Leimungsgrad von Papier durch Messen der Leitfähigkeit beim Eindringen von Elektrolyten zu bestimmen. Die Verfahren sind von CARSON<sup>2</sup> beschrieben und einer Kritik unterzogen worden; sie werden als wenig geeignet bezeichnet, da ihnen Fehler anhaften, die auf den auch bei gleicher Papiersorte stark schwankenden Luftwiderstand zurückgeführt werden.

### 6. Kombiniertes Prüfsystem nach BRECHT und LIEBERT.

Die Ergebnisse der unter 1 bis 5 genannten Verfahren sind zahlenmäßig nicht ohne weiteres vergleichbar; einmal infolge ihrer Abhängigkeit vom Prüfmittel, da z. B. die Durchdringung des Papiers von Wasser oder wäßrigen Lösungen anderen Gesetzmäßigkeiten unterliegt als die von Ölen. Ferner fehlte es bisher an Untersuchungen über die gesetzmäßigen Beziehungen zwischen den Ergebnissen verschiedener Prüfverfahren mit gleichem Prüfmittel und über die Differenzierung der Ergebnisse in Abhängigkeit vom Prüfverfahren und von der Papierart.

BRECHT und LIEBERT<sup>3</sup> haben nun ein Prüfsystem entwickelt, das gestattet, allen Papieren, von den hochleimfesten bis zu den hochsaugfähigen, hinsichtlich ihres Verhaltens gegen Tinte unter Einschluß der Beschreibbarkeit eine einheitliche, vom Flächengewicht unabhängige Kennzahl zuzuordnen. Das System gründet sich auf die Bestimmung der Saugfähigkeit nach drei Verfahren, von denen jedes für einen bestimmten Bereich der nach dem Grad des Saugvermögens geordneten Papiere eine gleich große Erfassungsschärfe besitzt. Es sind dies:

- a) Für geleimte Papiere die Tintenschwimmprobe nach BRECHT und LIEBERT (vgl. S. 197).
- b) Für schwachgeleimte und ungeleimte Papiere die von BRECHT und LIEBERT abgeänderte Saugzonenmessung nach KLEMM (vgl. S. 196).
- c) Für saugfähige Papiere die Bestimmung der Saughöhe nach KLEMM (vgl. S. 216).

Die nach den drei Verfahren ermittelten Werte lassen sich auf einen Grundmaßstab zurückführen, und zwar auf eine Kennzahl  $f = \frac{(F/10)^2}{S}$  ( $F$  = Flächengewicht [g/m<sup>2</sup>],  $S$  = Schwimmdauer [min]).

Abb. 185 gibt einen Überblick über das System. Oben ist die gesamte Skala für die Kennzahl  $f$  angegeben. Bei der Kennzahl  $f = 10$  ist die Beschreibbarkeitsgrenze. Links von ihr, bis zu  $f = 20$ , erstreckt sich das Gebiet von Papieren zweifelhafter, rechts, bis zu  $f = 5$ , das von Papieren mittlerer Beschreibbarkeit. Die in das Gebiet zwischen  $f = 1$  bis 5 fallenden Papiere weisen eine gute Leimung auf.

<sup>1</sup> DRECHSEL: Papierfabrikant **29** (1931) Fest- u. Ausl.-Heft Nr. 23A, S. 97.

<sup>2</sup> CARSON: Techn. Pap. U. S. Bur. Stand. **20**, Nr 326. Ref. Papierfabrikant **26** (1928) S. 609.

<sup>3</sup> BRECHT u. LIEBERT: Papierfabrikant **39** (1941) S. 97.

Unterhalb der Hauptskala ist die gleiche Skala eingetragen, jedoch nur für die Länge, für die sich die Kennzahl durch Benutzung der Tintenschwimmprobe ermitteln läßt ( $f < 1$  bis 100). Der gestrichelt eingetragene Teil bezeichnet ein Gebiet so geringer Leimfestigkeit, daß die Erfassungsgenauigkeit der Tintenschwimmprobe infolge zu kurzer Meßdauer unsicher wird.

Die nächste Skala bezieht sich auf die bei Papieren mit  $f = 100$  bis 3000 anzuwendende Saugzonenmessung. Sie ist in mm (Saugzonenbreite) geteilt. Darunter ist zum Vergleich die Einteilung wiedergegeben, mit der KLEMM die Saugzonenkala versieht (vgl. S. 203).

Am weitesten unten befindet sich die Skala für die Saughöhenmessung für Papiere mit  $f > 3000$ .

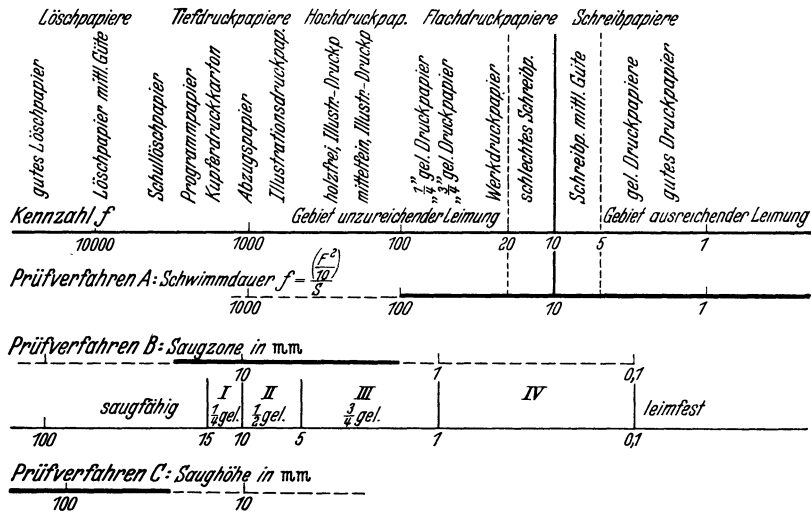


Abb. 185. Zuordnung der 3 Prüfverfahren A, B und C zum Grundmaßstab der Kennzahl  $f$  nach BRECHT und LIEBERT.

Die Benutzung des Systems wird von BRECHT und LIEBERT an folgenden Beispielen erläutert:

Hat man es mit einem Druckpapier zu tun, von dem man annimmt, daß es schwach geleimt ist, so unterzieht man es der Saugzonenmessung. Es ergebe sich der Meßwert 4 mm. Von der zum Prüfverfahren B (Saugzone in mm) gehörenden Meßstrecke legt man durch den dem Wert 4 entsprechenden Punkt eine Senkrechte zu der darüber befindlichen Hauptskala. Man liest hier die Kennzahl  $f \approx 300$  ab. — Ein Löschpapier, auf Saughöhe geprüft, ergab die Zahl 50 mm. Man zieht von der zum Prüfverfahren C (Saughöhe in mm) gehörenden Meßstrecke, und zwar vom Punkt 50 dieser Geraden, eine Senkrechte zur Hauptskala. Die entsprechende Kennzahl  $f$  beträgt 7000. — Bei einem Schreibpapier führt die Tintenschwimmprobe zu der Schwimmdauer  $S = 74,6$  min. Das Papier hat ein Flächengewicht von  $F = 82 \text{ g/m}^2$ . Die Kennzahl lautet mithin  $f = \frac{(F/10^2)}{S} = 0,9$ . Aus der Hauptskala ist zu ersehen, daß es sich um ein hervorragend leimfestes Papier handelt.

### Normung der Leimungsgradprüfung.

In Hinsicht auf die Vielfältigkeit der Vorschläge für die Bestimmung des Leimungsgrades ist es wünschenswert, durch Normung geeigneter Verfahren zu einer Vereinheitlichung der Prüfung zu kommen. Hierbei ist eine Trennung erforderlich zwischen:

1. Verfahren, die es ermöglichen, den Leimungsgrad aller geleimten Papiere im Sinne des reziproken Wertes des Saugvermögens in *einheitlicher* Weise zu bestimmen.



2. *Gebrauchswertprüfungen*, die in möglichst enger Anlehnung an den Verwendungszweck der Papiere aufgebaut sind und ein Urteil über den Leimungsgrad unter Berücksichtigung der bei der Verwendung der Papiere in Betracht kommenden Flüssigkeiten zulassen.

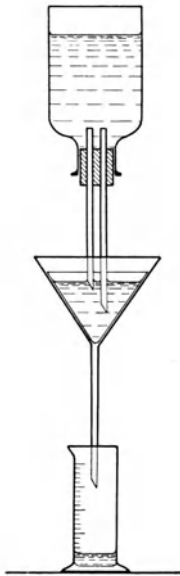


Abb. 186. Trichterversuch zur Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit.

Von den unter 1 gekennzeichneten Verfahren ist an erster Stelle das Prüfsystem nach BRECHT und LIEBERT zu nennen. Dieses System dürfte auch die Möglichkeit bieten für eine endgültige Festlegung der Begriffe der Bruchteileimungen ( $\frac{3}{4}$ -,  $\frac{1}{2}$ - und  $\frac{1}{4}$ -Leimung).

Zu den Gebrauchswertprüfungen gehören vor allen die nach DIN 53414 genormte Federstrichmethode für die Prüfung von Schreibpapieren und die Sonderverfahren zur Beurteilung der Bedruckbarkeit mit Druckfarbe u. dgl.

#### IV. Wasserdurchlässigkeit.

Bei der Prüfung auf Wasserdurchlässigkeit werden im allgemeinen drei Wege eingeschlagen, und zwar ermittelt man unter Einhaltung bestimmter Versuchsbedingungen entweder:

1. die in bestimmter Zeit durch das Papier hindurchgehende *Wassermenge*, oder
2. den *Druck*, bei dem das Wasser durchzudringen beginnt, oder
3. die *Zeit*, die für die Durchdringung des Papiers erforderlich ist.

#### 1. Verfahren zur Bestimmung der durchgehenden Wassermenge.

a) **Trichterversuch.** Man faltet aus dem Papier in üblicher Weise ein Filter, setzt es in einen Trichter und füllt Wasser ein, dessen Höhe bei allen Versuchen gleich sein muß; den Trichter setzt man auf ein Meßgefäß und beobachtet von Zeit zu Zeit, ob Wasser durchgedrungen ist und wieviel.

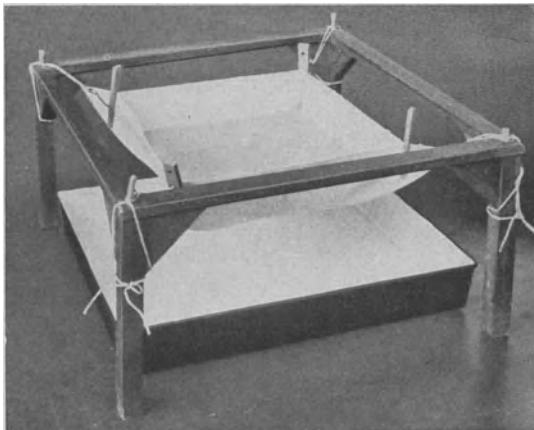


Abb. 187. Muldenversuch zur Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit.

Nach einer *argentinischen Zollvorschrift* soll die Wasserhöhe 10 cm, die Versuchsdauer 24 h betragen. Die Wasserhöhe muß während des Versuches gleichbleiben. Der Versuch ist gleichzeitig mit 4 Trichtern vorzunehmen. Wenn in 24 h mehr als 15 cm<sup>3</sup> durchdringen, gilt das Papier als nicht wasserdicht.

Zur Gleichhaltung der Wasserhöhe wird im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem die in Abb. 186 dargestellte Versuchseinrichtung benutzt. Die eine der Glasröhren muß so eingestellt sein, daß ihre untere Öffnung bei der vorgeschriebenen Wasserhöhe sich dicht

unter dem Wasserspiegel befindet. Sinkt der Wasserspiegel, so tritt durch sie Luft in die Vorratsflasche ein; infolgedessen fließt durch die andere Röhre soviel Wasser in den Trichter, bis das Ende der ersten Röhre wieder in Wasser taucht.

Der Trichterversuch ist zwar in der Ausführung einfach, hat aber den Nachteil, daß die Wasserdurchlässigkeit von der Stärke der Kniffung des Papiers abhängt.

**b) Muldenversuch.** In einem Holzrahmen (Abb. 187) wird das Papier in Form einer Mulde eingehängt und an den vier Ecken in geeigneter Weise befestigt (Reißzwecken, Holzklammern mit Schnüren o. ä.); in die Mulde wird Wasser gegossen und die Wasserhöhe an der tiefsten Stelle der Mulde gemessen; sie muß bei allen Versuchen gleich sein. Unter die Mulde kommt eine Schale zum Auffangen des etwa durchgehenden Wassers. — Normen für die Wassertiefe und Beobachtungszeit bestehen für diese Versuchsart nicht.

**c) Wasserdurchlässigkeitsprüfer nach SCHOPPER** (Abb. 188). Auf der Grundplatte des Apparats ist die Einspannvorrichtung *E* angebracht, die durch einen Gummischlauch mit dem Wassergefäß (*WG*, MARIOTTESche Flasche) in Verbindung steht. Dieses Gefäß ist an einer Stativstange angebracht, an der es in vertikaler Richtung verschoben werden kann. Um das Verstellen des Gefäßes zu erleichtern, ist dessen Gewicht durch ein Gegengewicht (*G*) ausgeglichen. Zur Messung des Druckes dient ein U-Rohr-Manometer (*M*), das durch einen Schlauch mit der Einspannvorrichtung in Verbindung steht. Der Druck wird durch Heben des Wassergefäßes eingestellt und durch die MARIOTTESche Flasche konstant gehalten. Um die Menge des bei einem bestimmten Druck in einer bestimmten Zeit durch die Probe hindurchgehenden Wassers messen zu können, ist der Wasserbehälter mit einer Teilung versehen. Die freie Prüffläche beträgt 100 cm<sup>2</sup>. Der Überdruck ist von 0 bis 500 mm einstellbar, der Meßbereich erstreckt sich bis 1 Liter/min.

Dieses, wie auch die vorher genannten Verfahren, eignen sich im wesentlichen nur für die Prüfung von Papier mit relativ hoher Durchlässigkeit, da bei dichten Papieren die Verfahren a und b wegen der unkontrollierbaren Wasserverdunstung mit Fehlern behaftet sind, und weil ferner bei allen 3 Verfahren die Messung der durch die Probe hindurchgehenden Wassermenge zu ungenau ist. Für die Prüfung von wenig durchlässigen Papieren kommen die folgenden Methoden in Betracht.

**d) Versuchsanordnung nach MANEGOLD und SOLF<sup>1</sup>.** Die Apparatur besteht aus einem Trichterteil mit Einspannvorrichtung, einem Pipettenbehälter, in dem eine Auslauf-Heberpipette eingesetzt ist, und einem WITTSchen Saugtopf. Das Ablaufrohr des Trichters ist durch eine Glasschliffverbindung mit dem Pipettenbehälter verbunden. Dieser stellt ein etwa 40 cm langes und 6 cm breites Glasrohr dar, an das ein Quecksilbermanometer angeschlossen ist. Die obere Öffnung der auswechselbaren Pipetten, deren Volumen 2, 10 und

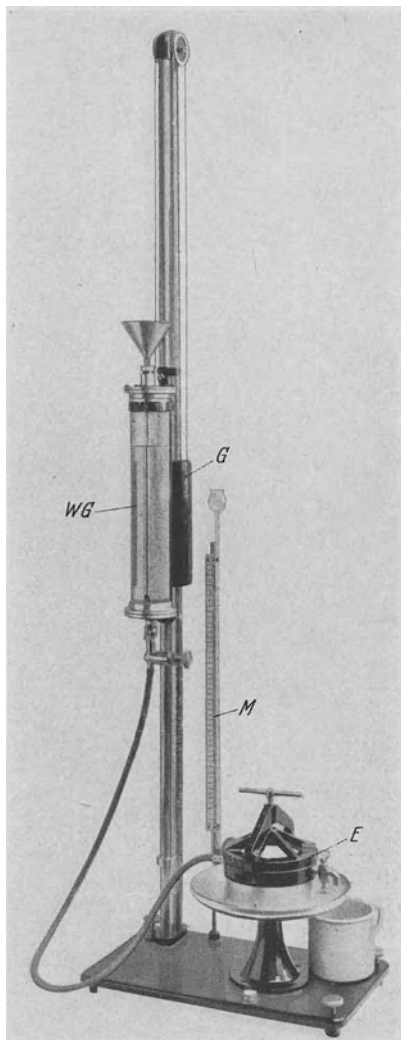


Abb. 188. SCHOPPERS Wasserdurchlässigkeitsprüfer für Papier und Gewebe.

<sup>1</sup> MANEGOLD u. SOLF: Papierfabrikant **35** (1937) S. 321, 329.

50 cm<sup>3</sup> betragen, ist trichterartig erweitert und an einer Stelle seitlich eingedrückt. Der Saugtopf wird an eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen. Vor Beginn der Messung wird der frei drehbare Trichterteil so eingestellt, daß das durchfiltrierende Wasser außen an der Pipette vorbeilaufen muß, dann wird der Aufgußraum des Trichters mit vorfiltriertem Wasser gefüllt und ein passender Druck mit Hilfe eines Dreiwegehahns einreguliert. Wenn der Druck konstant ist, wird der Ablauf des Trichterteils in die Öffnung der Pipette hineingedreht. Sobald der Wassermeniskus die untere Marke der Pipette passiert, wird eine Stoppuhr in Gang gesetzt und die Zeit bis zum Erreichen der oberen Marke gemessen. — Bei weiterem Zufluß tritt der Auslaufheber in Wirkung und die Pipette entleert sich, ohne daß das Vakuum unterbrochen wird. Während dieser Entleerung wird das Ablaufrohr zurückgedreht, so daß das Wasser nicht mehr in die auslaufende Pipette, sondern außen an ihr vorbeifließt. Dann kann mit einer zweiten Messung begonnen werden.

Bei einer wirksamen Prüffläche  $F$  (cm<sup>2</sup>), einem Volumen der Meßpipette  $V$  (cm<sup>3</sup>), einer Durchlaufzeit  $t$  (s) und einer wirksamen Druckdifferenz  $(p_a - p_e)$  (cm Quecksilbersäule) berechnet sich die Wasserdurchlässigkeit nach der Formel:

$$D = \frac{V}{F \cdot t \cdot (p_e - p_a) \cdot 13,6} \left[ \frac{\text{cm}^3}{\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \frac{\text{g}}{\text{cm}^2}} \right]$$

$p_e$  = Innendruck,  $p_a$  = barometrischer Außendruck.

Bei sehr undurchlässigem Prüfmaterial werden als Meßpipetten lange, kalibrierte Barometerkapillaren verwendet, die zur Erhöhung der Handlichkeit zu einer zylindrischen Schraube umgestaltet sind. Das von 2 Meßmarken begrenzte Volumen einer derartigen Pipette beträgt bei einer Länge von 20 cm rund 0,1 cm<sup>3</sup>.

Zur Ausführung der Messung werden diese Kapillarpipetten mit Hilfe eines Gummistopfens auf den mit Wasser gefüllten Trichter gesetzt. Sobald bei einem bestimmten Unterdruck die Durchtrittsgeschwindigkeit des Wassers konstant geworden ist, wird die Zeit gemessen, die der Wassermeniskus zum Durchwandern der Marken benötigt.

**e) Schalenmethode.** Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem wird bei der Prüfung sehr dichter Papiere folgendes Verfahren angewandt:

Zylindrische Glasschalen mit geschliffenem Rand und einem Durchmesser von 80 mm werden bis zu einer bestimmten Höhe mit Wasser gefüllt und unter Verwendung einer Wachs-Kolophonium-Komposition als Klebe- und Dichtungsmittel mit dem Probematerial bespannt. Nach Bestimmung des Gewichtes werden die Schalen mit der Papierfläche nach unten so aufgestellt, daß diese von der Luft frei umspült werden. Nach ausreichend langer Zeit werden die Gefäße wieder gewogen, wobei sich der Wasserdurchgang aus dem Gewichtsverlust ergibt. Um einen maximalen Verdunstungseffekt zu erzielen und zur Vermeidung von Fehlern, die dadurch entstehen können, daß hindurchgetretenes Wasser an der äußeren Oberfläche der Einspannvorrichtung haften bleibt und mitgewogen wird, werden die Gefäße während des Versuches im STAEDELschen Apparat (vgl. S. 232) einem Luftstrom von mindestens 3 m/s ausgesetzt. Die Versuche werden bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 65 % und einer Lufttemperatur von 20° ausgeführt.

Der auf eine Prüffläche von 100 cm<sup>2</sup> und auf einen Wasserdruck von 1 cm Flüssigkeitshöhe bezogene stündliche Wasserdurchgang errechnet sich nach folgender Formel:

$$W = \frac{(g_1 - g_2) \cdot 100}{F \cdot t \cdot H} \left[ \frac{\text{g}}{\text{cm} \cdot \text{h}} \right]$$

$g_1$  = Gewicht der Schalen zu Beginn des Versuches (g),

$g_2$  = Gewicht der Schalen nach Beendigung des Versuches (g),

$F$  = Freie Prüffläche (cm<sup>2</sup>),

$t$  = Versuchsdauer (h),

$H$  = Höhe der Wassersäule über der eingespannten Probe (cm).

## 2. Verfahren zur Bestimmung des Druckes, bei dem das Wasser durchdringt.

### a) Vorrichtung des Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem.

Bei der in Abb. 189 dargestellten Vorrichtung wird vor Beginn des Versuches

das Gefäß *b* in die Nulllage gebracht (Zeiger *f* über dem Nullpunkt des Maßstabes *e*) und so weit mit Wasser gefüllt, daß es, geleitet durch den Gummischlauch *c*,

den Trichter *a* bis zum Rande bei abgenommener Deckscheibe füllt; dann liegen die Wasserspiegel *a* und *b* in derselben Ebene. Nun wird die Papierprobe auf den Trichter gelegt und die Deckscheibe durch Schrauben fest angepreßt. Wird jetzt *b* mit Hilfe von *g* angehoben, so steht das Papier unter dem Druck einer Wassersäule, deren Höhe *h* gleich der Entfernung der beiden Wasserspiegel ist.

Bei der Prüfung kann so vorgegangen werden, daß man den Druck allmählich steigert (10 cm/min) und beobachtet, bei welcher Druckhöhe sich das Aussehen des Papiers infolge etwaigen Eindringens von Wasser ändert bzw. die ersten Wassertropfen hindurchdringen; oder man stellt fest, nach welcher Zeit bei einem bestimmten Druck das Wasser das Papier zu durchschlagen beginnt; die vom Wasser benetzte Fläche des Papiers ist 100 cm<sup>2</sup> groß; sie kann aber durch Einlegen von Ringen verkleinert werden.

**b) Wasserdruckprüfer nach SCHOPPER.** Die Versuchseinrichtung (Abb. 190) besteht aus einer Einspannvorrichtung mit einer freien Prüffläche von 100 cm<sup>2</sup>, einer Handschraubepumpe, die durch eine Rohrleitung mit der Einspannvorrichtung in Verbindung steht, und einem Manometer.

Nachdem die Handpumpe und das Einspanngefäß mit Wasser gefüllt sind, wird die Probe auf den Wasserspiegel im Einspanngefäß gelegt und festgespannt. Der Spannring ist so durchbrochen, daß die Probenoberfläche gut beobachtet werden kann. Durch langsames Drehen am Handrad der Schraubepumpe wird nun der Druck gleichmäßig gesteigert, wobei die Probenoberfläche zu beobachten

ist. Sobald auf dieser der erste Wassertropfen erscheint, wird das Handrad stillgesetzt und der erreichte Höchstdruck, der durch einen Schleppzeiger am Manometer angezeigt wird, abgelesen. Das Manometer ermöglicht Drucke bis zu 6 kg/cm<sup>2</sup> zu messen.

Für Drucksteigerungen bis 500 mm WS kann auch der unter 1 c beschriebene SCHOPPERSche Apparat benutzt werden.

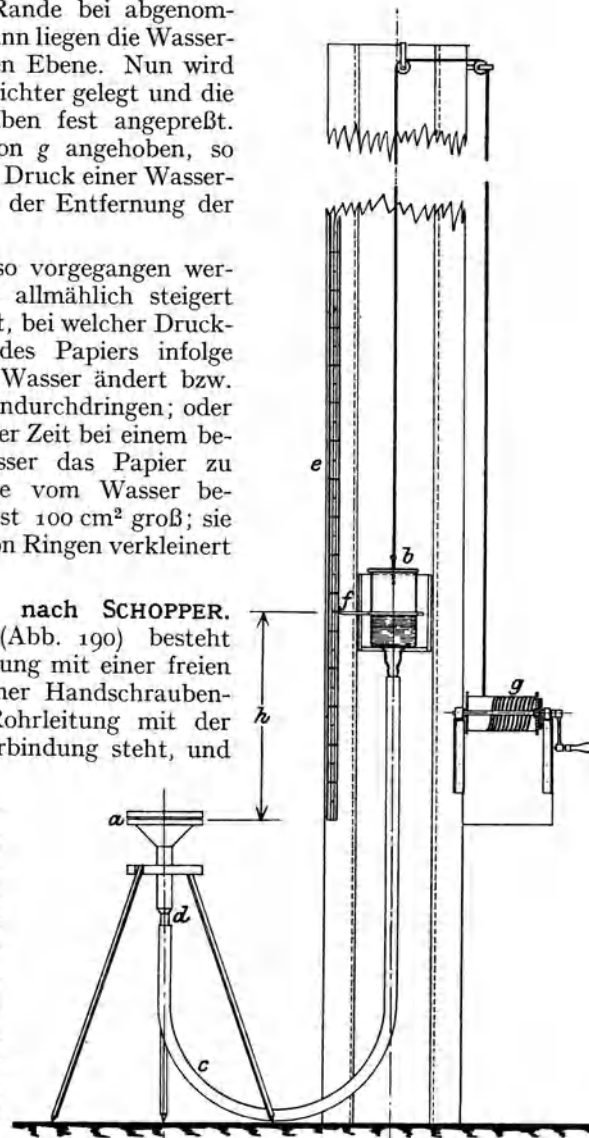


Abb. 189. Vorrichtung zur Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit bei steigendem Druck.

### 3. Bestimmung der Durchdringungszeit.

a) **Mattglasmethode**<sup>1</sup>. Vom *Bureau of Standards* wird die sog. „Mattglasmethode“ empfohlen (Abb. 191). Der Glaszylinder *C* wird mit seinem unteren Rand in Paraffin getaucht und auf das Papier *P* gesetzt. Das ganze steht auf der Mattglasscheibe *G*, unter der sich eine schwarze Unterlage befindet. Der Zylinder wird bis zu einer Höhe von 1 oder 2 Zoll mit Wasser gefüllt. Um fest-

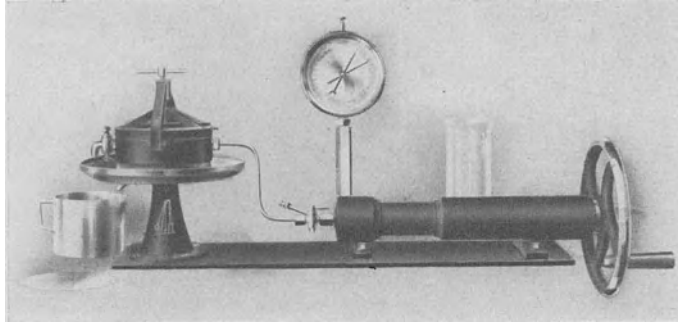


Abb. 190. Gerät zur Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit bei hohem Druck (Louis Schopper, Leipzig).

zustellen, wann das Wasser durch das Papier gedrungen ist, wird das Gefäß von Zeit zu Zeit gehoben. Beim erfolgten Durchtritt von Wasser zeigt die Mattscheibe dunkle Flecken.

#### b) Schwimmverfahren.

α) **STÖCKIGT**<sup>2</sup> verfährt folgendermaßen: Ein durch Hochbiegen der Ränder aus dem zu prüfenden Papier hergestelltes Schiffchen von etwa 25 cm<sup>2</sup> Fläche läßt man auf eine 20%ige Rhodan ammoniumlösung fallen, wobei man gleichzeitig eine Stoppuhr in Gang setzt. Während das Schiffchen auf der Lösung schwimmt, betüpfelt man das Papier unter Verwendung eines Pinsels mit einer 1%igen Eisenchloridlösung, bis Rotfärbung eintritt. Das Papier ist als durchdrungen zu betrachten, sobald sich auch nur einzelne rote Pünktchen zeigen.

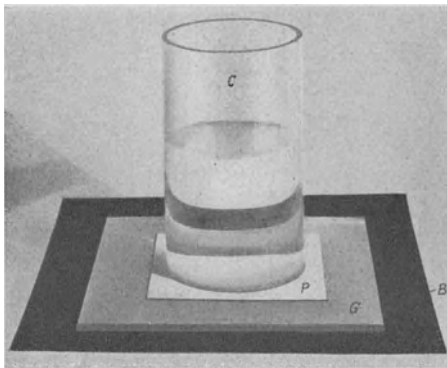


Abb. 191. Versuchsanordnung bei der „Mattglasmethode“.

auf Wasser gesetzt und die für das Vordringen des Wassers bis zum Farbstoff-Zucker-gemisch erforderliche Zeit bestimmt. Als Farbstoffe werden Methylgrün, Scharlachrot und National Wollgelb vorgeschlagen. Der Endpunkt ist dadurch gekennzeichnet, daß das fast farblose Gemisch von Zucker und Farbstoff sich bei Aufnahme von Wasser durch die Lösung der Farbstoffteilchen intensiv färbt. Um die Bestimmung des Endpunktes zu erleichtern, wird empfohlen, außer der wasserlöslichen Farbstoffmischung noch eine

β) Ebenfalls ein Schwimmverfahren benutzt das *Bureau of Standards* in Washington, genannt *Dry-Indicator-Method*<sup>3</sup>. Auf Papierschnitzchen, wie sie **STÖCKIGT** benutzt, wird eine Mischung von Puderzucker mit wasserlöslichem Farbstoff (im Verhältnis von 50 zu 1) aufgebracht, das Schiffchen

<sup>1</sup> Paper Testing Methods 1928, S. 82 u. Pap. Trade J. Bd. 100 (1935) Nr. 13, S. 31 [Tappi-Standard T 433 m].

<sup>2</sup> **STÖCKIGT**: Wbl. Papierfabr. 51 (1920) S. 39.

<sup>3</sup> Trockenindikatormethode (vgl. Paper Testing Methods 1928, S. 79).

Mischung von Zucker und einem wasserunlöslichen Pigment von gleichem Farbton zum Vergleich zu benutzen. Zur Aufbringung der Farbstoff-Zuckergemische wird ein Siebkästchen (80er Papiermaschinensieb), das 3 Abteilungen enthält, von etwas kleinerer Abmessung als das Schiffchen benutzt. In das mittelste Fach kommt das Gemisch mit dem löslichen Farbstoff, rechts und links das mit dem Pigment. Dann läßt man das Sieb aus einer Höhe von etwa  $\frac{1}{2}$  cm in das Schiffchen fallen, so daß auf dem Boden des Schiffchens 3 Streifen der Farbstoffmischungen entstehen. Nach Entfernung des Siebes wird das Schiffchen auf das Wasser gesetzt.

Zur Beseitigung von Fehlerquellen empfiehlt der Obmann der Wasserdichtigkeitskommission der „Tappi“, P. W. Codwise, folgende Versuchsanordnung: Pulverisierter Rohrzucker, lösliche Stärke und eine kleine Menge von Methylviolett (entweder Du Pont N.E. Methylviolett oder National Aniline Methylviolett 2 BP. werden getrennt durch ein 100-Maschensieb gesiebt und im Exsikkator über Chlorkalzium getrocknet. Danach werden 45 g pulverisierter Rohrzucker, 5 g lösliche Stärke und 1 g Methylviolett dadurch gründlich gemischt, daß die Mischung mehrfach durch ein 60-Maschensieb gegeben wird. Das Indikatorgemisch wird auf die  $7 \times 7$  cm große Papierprobe mittels eines Streuers (70-Maschensieb) in dünner Schicht aufgebracht. Die Probe wird dann auf einen kurzen Glaszylinder (5 cm lang, Durchmesser 42 bis 47 mm) gelegt, der in einer Schale steht, die soweit mit Wasser gefüllt ist, daß der obere Rand des Zylinders sich gerade unter der Oberfläche des Wassers befindet. Auf das Prüfblatt, das vorher bei 65% Luftfeuchtigkeit ausgelegen hatte, wird ein 100 cm<sup>3</sup>-Becherglas mit etwas gewölbtem Boden gesetzt. Gleichzeitig werden zwei Stoppuhren eingeschaltet, von denen die erste gestoppt wird, wenn 25%, die zweite, wenn 75% der Prüffläche verfärbt sind. Aus beiden Ablesungen wird das Mittel genommen. Im ganzen werden 10 Versuche ausgeführt, von jeder Seite 5. Die Temperatur des Wassers soll 21° C betragen<sup>1</sup>.

Ein ähnliches Verfahren schlägt CODWISE<sup>2</sup> für die Prüfung von Pappen vor. Auf eine polierte Glasplatte wird das obengenannte Indikatorgemisch gestreut und darauf ein Glaszylinder ( $1\frac{5}{8}$  Zoll innerer Dmr.,  $1\frac{3}{4}$  Zoll Höhe) gebracht, über dessen untere Öffnung die Probe ( $3 \times 3$  Zoll) durch Aufkleben mit Wachs befestigt ist. Der Zylinder wird dann bis zu einer Höhe von  $\frac{3}{4}$  Zoll mit Wasser gefüllt und mit einem Gewicht von 2 Pfund belastet. Unter der Glasplatte ist ein Spiegel so angeordnet, daß die Verfärbung des Indikators beim Wasserdurchtritt beobachtet werden kann.

Zur Vervollkommnung der Trockenindikatormethode haben CARSON und WORTHINGTON<sup>3</sup> ein Schwimmgerät entwickelt, das aus einer runden Schale mit einer kreisförmigen Bodenöffnung besteht. Über dieser Öffnung wird die mit dem Indikatorgemisch bestreute Probe und darüber ein Uhrglas mit einer Drahtklammer befestigt. Das Uhrglas soll ein vorzeitiges Verdunsten des durchgedrungenen Wassers verhüten. Das Schwimmgerät wird in eine mit Wasser gefüllte Schale gesetzt.

Um den Endpunkt genauer feststellen zu können, benutzt GRANT<sup>4</sup> als Indikator eine Mischung von Zucker und Rhodamin 6 G und beobachtet unter der Quarzlampe. In dem Augenblick, in dem das Wasser das Papier durchdringt, beginnt der Farbstoff goldgelb zu fluoreszieren.

AKKER, NOLAN, DRESFIELD und HELLER<sup>5</sup> treten ebenfalls für die Benutzung eines fluoreszierenden Farbstoffes als Indikator ein, jedoch ohne Beimischung von Puderzucker, da nach ihren Beobachtungen infolge der Hygroskopizität des Zuckers neben der Wasseraufnahme die Wasserdampfdurchlässigkeit mit erfaßt wird. Zwecks Ausschaltung aller subjektiven Einflüsse messen die Autoren die Intensität der Fluoreszenz des auf die Probe gestreuten Farbstoffes während der Wasserdurchdringung, die in Abhängigkeit von der Zeit als Kurve aufgetragen wird. Maßgebend für die Beurteilung der Wasserdurchlässigkeit ist ein für den Versuch charakteristischer Punkt der Kurve.

*γ) Schwimmkammerverfahren nach NOLL und PREISS.* In dem Bestreben eine deutsche Standardmethode zu schaffen, haben NOLL und PREISS<sup>6</sup> durch Entwicklung eines geeigneten Prüfgerätes und Auswahl eines besonders empfindlichen Trockenindikators den Schwimmversuch weiter ausgestaltet. Das als Schwimmkammer eingerichtete Gerät<sup>7</sup> besteht aus einem Trichter aus Aluminium, in dessen Unterteil ein ausgestanztes Prüfblatt von 60 mm Dmr. mittels

<sup>1</sup> Paper Trade J. Bd. 92 (1931) H. 10, S. 55.

<sup>2</sup> CODWISE: Paper Trade J. Bd. 98 (1934) Nr. 10, S. 43.

<sup>3</sup> CARSON u. WORTHINGTON: Paper Trade J. Bd. 95 (1932) Nr. 16, S. 34.

<sup>4</sup> GRANT: Chem. Ind. Rev. 1934, Nr. 44, S. 349.

<sup>5</sup> AKKER, NOLAN, DRESFIELD u. HELLER: Paper Trade J. Bd. 109 (1939) Nr. 21, S. 38.

<sup>6</sup> NOLL u. PREISS: Papierfabrikant 35 (1937) S. 213 und Merkblatt Nr. 19 des Unterausschusses für Faserstoffanalysen des Ver. der Zellst.- u. Papier-Chem. u. -Ing.

<sup>7</sup> Zu beziehen von der Zellstoffabrik Waldhof, Werk Mannheim.

Spannring und Überwurfmutter wasserdicht einspannbar ist (Abb. 192). Als Indikator wird eine gut verriebene Mischung von Fluorescein<sup>1</sup> mit kalzinierter Soda (1:1000) benutzt. Das schwach gelbliche Pulver erscheint im trocknen Zustand unter der Quarzlampe dunkel, während es bei Wasseraufnahme intensiv hellgelb fluoresziert infolge Bildung von Fluoresceinnatrium.

Der Versuch wird wie folgt ausgeführt: Die ausgestanzte und bei 65% relativer Feuchtigkeit und 20° klimatisierte Probe wird in die Schwimmkammer eingespannt und auf der Innenseite mit dem Trockenindikator mit Hilfe eines Haarpinsels leicht bestrichen. Sodann wird die Schwimmkammer in eine unter der Quarzlampe stehende mit destilliertem Wasser von 20° C gefüllte Glaswanne eingesetzt<sup>2</sup> und gleichzeitig die Stoppuhr ausgelöst. Der Wasserdurchtritt ist erfolgt, wenn die ersten hellgelben Pünktchen aus der dunklen Umgebung aufleuchten. Im gleichen Augenblick ist die Uhr zu stoppen. Als Maß für den Grad der Wasserdurchlässigkeit der Probe gilt die Zeit zwischen Einsetzen der Schwimmkammer und dem Wasserdurchtritt. Sowohl von der Sieb- als auch von der

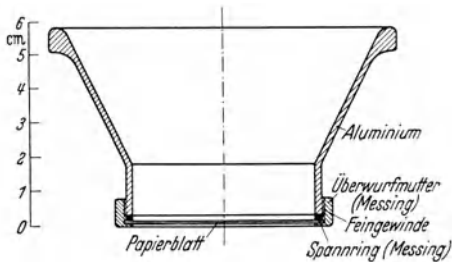


Abb. 192. Gerät für den Schwimmversuch nach NOLL und PREISS.

Oberseite des Papiers sind mindestens drei Messungen auszuführen. Die Ergebnisse werden gemittelt, außerdem ist das Gesamtmittel anzugeben.

In Zahlentafel 28 sind einige von NOLL und PREISS an verschiedenen Papieren festgestellte Zahlenwerte aufgeführt.

Zahlentafel 28. Einige Versuchsergebnisse beim Schwimmkammerversuch.

Bezeichnung der Papiere	Quadratmetergewicht g	Durchdringungszeit (s)		
		Siebseite	Oberseite	Mittel
Spinnpapier . . . . .	26	4	6	5
Spinnpapier . . . . .	36	8	8	8
Spinnpapier . . . . .	41	11	12	11,5
Druckpapier, maschinenglatt. . . . .	43	8	8	8
Druckpapier, maschinenglatt. . . . .	71	36	37	36,5
Druckpapier, maschinenglatt. . . . .	73	33	35	34
Packpapier, satiniert . . . . .	84	38	43	40,5
Packpapier, satiniert . . . . .	174	68	130	99
Packpapier, einseitig glatt . . . . .	37	19	21	20

c) **Verfahren von BEKK.** Bei der Prüfung auf Wasserdurchlässigkeit tritt vielfach eine große Streuung der Einzelwerte auf. Zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit hat BEKK<sup>3</sup> einige beachtenswerte Vorschläge gemacht.

Nach dem einen Verfahren (A) wird in eine flache Schale eine mit starkem Fließpapier bedeckte Spiegelglasscheibe gebracht und die Schale mit der Prüf- flüssigkeit bis über den Rand des so entstandenen Sockels gefüllt. Die zu prüfende Probe, die etwas größer als die Unterlage sein muß, wird auf den Sockel gelegt und darauf ein mit einem Beschwerungsstück versehenes Glasprisma

<sup>1</sup> Zu beziehen unter der Bezeichnung Fluorescein D.Ap.V. von E. Merck, Darmstadt, sowie Schering AG., Berlin N 65.

<sup>2</sup> Das Einsetzen der Schwimmkammer in das Wasser soll unter leichter Schräghaltung erfolgen, damit unter der Papierfläche keine Luftblase zurückbleiben kann.

<sup>3</sup> BEKK: Zellstoff u. Papier 18 (1938) S. 462 u. 698.

gebracht, wobei dieses auf das Prüfstück einen Druck von  $10 \text{ g/cm}^2$  ausübt. Solange zwischen der Oberfläche der Probe und der Auflagefläche des Prismas kein Kontakt vorhanden ist, erscheint letztere bei schräger Beobachtung durch das Prisma als glänzendes Feld, das jedoch durch dunkel erscheinende Punkte unterbrochen wird, sobald die Prüfflüssigkeit das Papier durchdrungen und gleichzeitig die Auflagefläche des Prismas erreicht hat.

Das zweite Verfahren (B) unterscheidet sich von dem ersten dadurch, daß an Stelle des Prismas eine mit einem lackartigen Farbstoffüberzug versehene Glasplatte mit der Farbstoffschicht nach unten auf die Probe zu liegen kommt. Das Gewicht der Platte ist so gewählt, daß wiederum ein Druck von  $10 \text{ g/cm}^2$  entsteht. Die Endreaktion wird mit einer Lupe beobachtet und ist als Unterbrechung der zusammenhängenden Farbstoffschicht durch Tröpfchen der durchgetretenen Flüssigkeit wahrzunehmen.

Unter Verwendung dieser Versuchsanordnungen hat BEKK noch einen Apparat konstruiert (Methode C), mit dem die Durchlässigkeit von Papier unter höherem variablem Flüssigkeitsdruck gemessen werden kann. Durch eine besondere Einrichtung wird auch hierbei die Probe gegen eine darüberliegende Glasplatte unter einem Druck von  $10 \text{ g/cm}^2$  gepreßt.

Die Verbesserung der Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse bei diesen Versuchsanordnungen wird auf folgendes zurückgeführt:

1. Dadurch, daß die Probe bei Verfahren A mit gleichbleibendem Druck gegen seine Unterlage gepreßt wird, ist ein inniger Kontakt zwischen der aus dem Papier tretenden Prüfflüssigkeit und der Auflagefläche des Prismas bzw. der die Farbstoffschicht tragenden Glasplatte erreicht.

2. Bei dem Verfahren B trifft die durch die Probe gedrungene Flüssigkeit auf eine ununterbrochene Indikatorschicht, so daß keine Verzögerung in der Reaktion eintreten kann, wie es z. B. der Fall ist, wenn auf die Probe als Indikator ein Farbstoffpulver aufgebracht wird, und die austretenden Flüssigkeitströpfchen unter Umständen sich erst erheblich vergrößern müssen, bis das nächstgelegene Farbstoffkörnchen erreicht wird. Solche Verzögerungen in der Reaktion werden durch Beimischung von Zucker zum Farbstoff verringert aber nicht ausgeschaltet.

3. Bei Durchlässigkeitsmessungen unter höherem Flüssigkeitsdruck (Methode C) wird infolge des Anpressens der Probe an eine Glasscheibe eine Durchwölbung des Papiers und eine damit verbundene Veränderung des Gefüges sowie bei sehr schwach durchlässigen Papieren eine Verdunstung der durchdringenden Flüssigkeit verhindert.

### Die Auswahl des geeigneten Prüfverfahrens.

Für die Auswahl des Prüfverfahrens sind der *Verwendungszweck* und der *Grad der Wasserdurchlässigkeit* des Prüfmaterials zu berücksichtigen.

Wird das Papier beim Gebrauch der Einwirkung von Wasser unter höherem Druck ausgesetzt, wie es z. B. bei Sandsäcken zum Abdämmen von Wasser der Fall ist, kommt für die Prüfung eines der im Abschnitt 2 genannten Druckverfahren in Betracht, d. h. es ist festzustellen, bei welchem Druck das Papier vom Wasser durchdrungen wird bzw. bei welchem Druck es zerreißt<sup>1</sup>.

In allen anderen Fällen verdienen diejenigen Verfahren den Vorzug, bei denen unter einem bestimmten, möglichst niedrig zu haltenden Druck die durchgegangene *Wassermenge* (Abschnitt 1) oder die *Durchdringungszeit* (Abschnitt 3) gemessen wird. Welche von diesen Methoden zu wählen ist, hängt neben dem Verwendungszweck hauptsächlich vom Durchlässigkeitsgrad des Papiers ab.

Für die Prüfung sehr *dichter* Papiere sind das Mattglasverfahren und die Schwimmmethoden nicht geeignet, da sie in diesem Falle, wenn überhaupt, nur nach sehr langer Versuchsdauer zu einem Ergebnis führen. Bei den Schwimmmethoden ist unter diesen Umständen auch mit erheblichen Versuchsfehlern zu rechnen, wenn das nur langsam durchdringende Wasser nicht vor Verdunstung

<sup>1</sup> In Betracht zu ziehen ist hier ferner die Bestimmung der Naßfestigkeit (s. S. 225).



geschützt ist. Ferner ist bei Papieren mit geringer Durchlässigkeit der Endpunkt des Versuches sehr schwer feststellbar, da das Wasser gewöhnlich zunächst nur an einem Punkte der Probe durchtritt und erst nach langen Zeitabständen ein zweiter oder dritter Punkt folgt. Bei dem von BEKK vorgeschlagenen Verfahren sind möglicherweise diese Nachteile behoben. Einwandfreie Ergebnisse sind bei Prüfung dichter Papiere von der Schalenmethode und der Versuchsanordnung nach MANEGOLD und SOLF zu erwarten.

Bei Papieren *mittlerer Durchlässigkeit* können sämtliche genannten Verfahren angewandt werden; am meisten werden die Schwimmethode wegen ihrer Einfachheit benutzt.

Für die Prüfung von Papieren sehr *großer Durchlässigkeit* kommt vor allem der SCHOPPERSche Durchlässigkeitsprüfer in Betracht oder der nachstehend beschriebene Filtrierpapierprüfer nach HERZBERG, da infolge der großen Geschwindigkeit, mit der das Wasser durchdringt, andere Methoden meist versagen.

## V. Filtriergeschwindigkeit und Scheidefähigkeit.

**1. Filtriergeschwindigkeit.** Bei der Beurteilung von Filtrierpapier spielt die Geschwindigkeit, mit der Flüssigkeiten durchlaufen, eine hervorragende Rolle; unter sonst gleichen Umständen wird ein Papier um so wertvoller sein, je schneller die Flüssigkeiten durchlaufen. Diese Eigenschaft kann man zahlenmäßig zum Ausdruck bringen, indem man die *Zeit* bestimmt, die eine bestimmte Menge Wasser braucht, um unter einem bestimmten Druck durch eine bestimmte Papierfläche hindurchzulaufen.

Eine für derartige Untersuchungen gebauter Apparat ist der HERZBERGSche Filtrierpapierprüfer.

*Beschreibung des Apparates.* Ein oben und unten offenes Glasrohr (*G*) (Abb. 193) ist unten in eine Messinghülse (*M*) eingekittet. Oben ist eine mit zwei Bohrungen versehene Messingkappe (*N*) luftdicht aufgebracht; durch die eine Öffnung geht ein Trichterrohr (*T*), durch die andere ein mit einem Hahn (*H*) versehenes Glasrohr. Das so durch das Glasrohr (*G*) gebildete Gefäß steht durch das mit einem Dreiwegehahn (*D*) versehene Rohr (*R*) mit

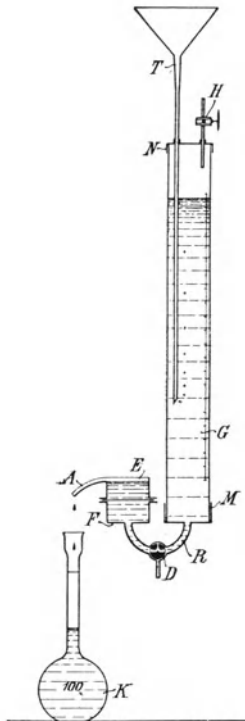


Abb. 193. HERZBERGS  
Filtrierpapierprüfer  
(Louis Schopper, Leipzig).

dem aus Messing gefertigten Filtrierzylinder (*F*) in Verbindung; der obere, abnehmbare und mit der Ablaufrinne (*A*) versehene Teil (*E*) des Zylinders kann durch Schrauben mit dem unteren Teil verbunden werden. Zwischen *F* und *E* wird das zu prüfende Papier eingelegt; das aus *E* und durch die Ablaufrinne (*A*) ablaufende Wasser wird in dem Kolben (*K*) aufgefangen und gemessen.

*Durchführung der Prüfung.* Aus dem zu prüfenden Papier werden zunächst kreisrunde Stücke von etwa 5 cm Dmr., wenn möglich je eines aus 10 verschiedenen Bogen, entnommen. Man entfernt dann den oberen Teil (*E*) des Filtrierzylinders vom unteren (*F*), stellt den Hahn (*D*) so, daß durch das Rohr (*R*) kein Wasser abfließen kann, öffnet den Entlüftungshahn (*H*) und gießt durch den Trichter (*T*) *destilliertes, vor dem Gebrauch stark ausgekochtes Wasser* von etwa 20° C in das Gefäß (*G*); nach beendigter Füllung wird *H* wieder geschlossen. Dann wird der Hahn (*D*) so gestellt, daß langsam Wasser in den unteren Teil des Filtrierzylinders tritt; ist dieser gefüllt, und zwar so weit, daß die Wasserkuppe über den oberen Rand von *F* hervorragt, so stellt man den Wasserzufluß bei *D* ab und legt die Probe auf den abgeflachten Rand des Filtrierzylinders; hierauf wird *E* aufgesetzt, fest auf *F* geschraubt und dann durch Drehen des

Hahnes (*D*) die Verbindung von *G* mit *F* wiederhergestellt. Das Wasser dringt nun durch das Papier, füllt *E* und läuft durch die Ablaufrinne (*A*) in den Kolben (*K*). Man kann dann bestimmen, innerhalb welcher Zeit eine bestimmte Menge Wasser (z. B. 100 cm<sup>3</sup>) durch das Papier hindurchgeht.

Der Druck, unter dem das Ausfließen erfolgt, ist abhängig von der Entfernung der unteren Öffnung des Trichters (*T*) von dem Wasserspiegel in *E*; durch Verschieben des Trichters kann man also den Druck beliebig einstellen.

Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem wird im allgemeinen mit einer Druckhöhe von 50 mm gearbeitet. Die Durchlaufzeit von 100 cm<sup>3</sup> wird in Sekunden bestimmt; als Endergebnis wird diejenige Wassermenge angegeben, die in 1 min bei einem Wasserdruck von 50 mm und einer Wassertemperatur von 20° C durch 100 cm<sup>2</sup> Papier läuft.

Mit Hilfe des Filtrierapparates kann man auch die Festigkeit des Filtrierpapieres im nassen Zustande feststellen, indem man durch Höherziehen des Trichterrohres den Wasserdruck so lange steigert, bis das eingespannte Papier durchreißt. Im Materialprüfungsamt wird der Trichter mit einer Geschwindigkeit von 2 mm/s gehoben.

Bei der Untersuchung von 30 aus dem Handel beschafften Sorten von Filtrierpapier für analytische Zwecke wurden minutliche Durchlaufzeiten von 23 cm<sup>3</sup> bis 760 cm<sup>3</sup> gefunden. Die Zahlentafel 28a gibt die Verteilung der Papiere innerhalb der Grenzen von 0 bis 800 cm<sup>3</sup> wieder.

Zahlentafel 28a.

0 bis 100 cm <sup>3</sup>	101 bis 200 cm <sup>3</sup>	201 bis 300 cm <sup>3</sup>	301 bis 400 cm <sup>3</sup>	401 bis 500 cm <sup>3</sup>	501 bis 600 cm <sup>3</sup>	601 bis 700 cm <sup>3</sup>	701 bis 800 cm <sup>3</sup>
4 Papiere	3 Papiere	7 Papiere	4 Papiere	3 Papiere	3 Papiere	4 Papiere	2 Papiere

**2. Scheidefähigkeit.** Eine zweite wichtige Eigenschaft der Filtrierpapiere ist ihre Scheidefähigkeit. Man versteht hierunter die Fähigkeit, feste, in Flüssigkeiten schwebende Körper, wie Niederschläge usw., beim Filtrieren mehr oder weniger vollkommen zurückzuhalten. Um sich in dieser Hinsicht ein Bild von der Brauchbarkeit eines Filtrierpapiers für chemische Arbeiten zu verschaffen, prüft man es zweckmäßig mit einem Bariumsulfatniederschlag in folgender Weise:

Gleiche Raunteile einer Bariumchloridlösung (122 g Salz in 1 Liter Wasser) und Kaliumsulfatlösung (87 g Salz in 1 Liter Wasser) werden einmal heiß und einmal kalt miteinander vermischt. Die heiße Fällung wird heiß, die kalte in kaltem Zustande filtriert. Aus dem zu prüfenden Papier wird ein Rundfilter von etwa 10 cm Dmr. geschnitten, in gewöhnlicher Weise in den Trichter glatt eingelegt und mit Wasser angefeuchtet.

Papiere mit hervorragender Scheidefähigkeit ergeben selbst bei kalt gefällttem und kalt filtriertem Bariumsulfat klare Filtrate; andere lassen bei kalter Fällung die Flüssigkeit trübe durchlaufen, liefern aber bei heiß gefällttem und heiß filtriertem Niederschlag eine klare Lösung; noch andere zeigen in beiden Fällen trübe durchlaufende Flüssigkeiten.

Zu achten ist bei den Versuchen auf möglichst gleichmäßige Behandlung der Bariumsulfatniederschläge; durch starkes Schütteln z. B. kann sich der Niederschlag so verändern, daß er weniger stark durch das Filter geht als vorher.

Handelt es sich um Filtrierpapiere für gewerbliche Zwecke oder um solche des Haushaltes, so wird man naturgemäß bei der Prüfung den Verwendungszweck berücksichtigen und nicht etwa die Brauchbarkeit eines Kaffeefilterpapiers nach seinem Verhalten zu einer Bariumsulfatfällung beurteilen.

## VI. Saugfähigkeit.

**Allgemeines.** Die Saugfähigkeit von Papier ist in erster Linie auf Kapillarwirkung<sup>1</sup> zurückzuführen und demzufolge weitgehend von *Gefüge* des Papiers abhängig, und zwar wird der *Grad der Saugfähigkeit* von der mittleren *Porenweite* beeinflusst, die *Richtung*, in der sich die Flüssigkeit bevorzugt ausbreitet, von der *Faserlagerung*. Da die Fasern im allgemeinen parallel zur Papieroberfläche ausgerichtet sind, ist die Saugfähigkeit, sofern nicht andere Einflüsse hinzutreten, in dieser Richtung größer als senkrecht dazu<sup>2</sup>. Da ferner die Fasern im allgemeinen bevorzugt parallel zur Maschinenrichtung orientiert sind, ist das Saugvermögen in der Längsrichtung höher als in der Querrichtung.

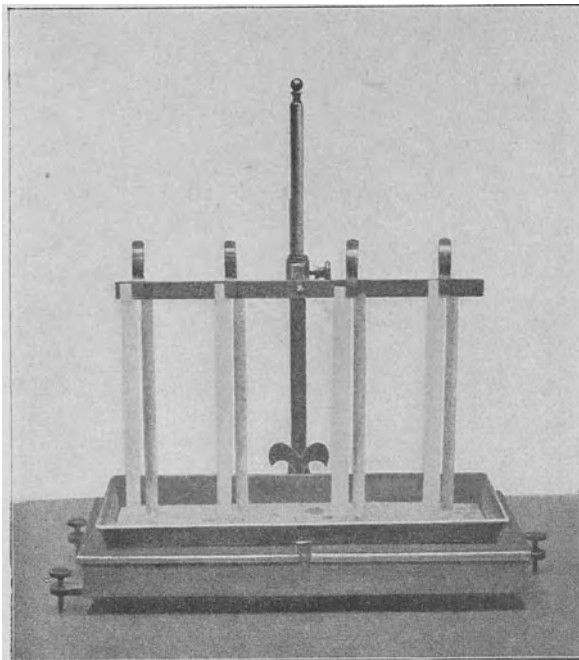


Abb. 194. Gerät zur Bestimmung der Saughöhe nach KLEMM.

Ein weiterer Umstand, der die Saugfähigkeit beeinflusst, ist die *Benetzbarkeit*, die an der Oberfläche eine andere sein kann, als im Innern des Papiers, was bei Einwirkung der Flüssigkeit einerseits von der Oberfläche, andererseits vom Querschnitt aus in Erscheinung tritt.

Die Saugfähigkeit von Papier wird schließlich noch von der *Art der Flüssigkeit* beeinflusst, wobei deren physikalischer Charakter (Kapillaritätskonstante, Viskosität) und chemische Natur, ihre quellende Wirkung auf das Fasermaterial, sowie die Gegenwart gelöster Stoffe oder suspendierter Teilchen sich auswirkt, letztere wiederum in Abhängigkeit vom Dispersionsgrad. So ist z. B. die Saugfähigkeit für Wasser infolge der dabei

eintretenden Dickenquellung der Fasern und der damit verbundenen Verengung der Kapillaren eine andere als für nichtquellende Mittel, wie Öle u. dgl. Die Erfahrung, daß sich bei Prüfung auf Saugfähigkeit Tinte anders verhält als Wasser, ist auf den Gehalt der Tinte an gelösten Salzen, den Anteil an Mineralsäure und die Gegenwart kolloider Bestandteile zurückzuführen.

### Prüfverfahren für die Bestimmung der Saugfähigkeit.

**1. Saughöhe.** Zur Bestimmung der Saughöhe bedient man sich eines von KLEMM angegebenen Apparates, der zur Vermeidung von Wasserver-

<sup>1</sup> Nach LIESEGANG können bei geleimten Papieren unter bestimmten Voraussetzungen neben Kapillar- auch Diffusionserscheinungen auftreten. So wurde von LIESEGANG folgende Beobachtung gemacht: Wenn man nicht zu stark geleimtes Papier mit Kaliumbichromat tränkt und nach dem Trocknen einen Tropfen Silbernitratlösung aufbringt, bilden sich allmählich im Verlauf von Monaten oder Jahren konzentrische Ringe, die für Diffusionsvorgänge charakteristisch sind [Techn. u. Chemie d. Pap.- u. Zellstoffabrik. 29 (1932) S. 43].

<sup>2</sup> CARSON: Technologic Papers of the Bureau of Standards, Vol. 20, Nr. 326. Ref. von SCHAPIRA: Papierfabrikant 26 (1928) S. 609.

dunstung nach einem Vorschlag von NOLL und PREISS<sup>1</sup> zweckmäßig mit einem Schutzkasten versehen wird (Abb. 194).

An dem in senkrechter Richtung verschiebbaren und in jeder Lage durch eine Schraube festzulegenden Querbalken befinden sich vier Maßstäbe mit Millimeterteilung und daneben Klemmen zum Festhalten des Papiers. Der untere Teil des Gestells enthält eine Schale aus Zinkblech, in die so viel destilliertes Wasser von 18 bis 20° gegossen wird, daß die Maßstäbe beim tiefsten Stand des Querbalkens die Oberfläche eben berühren.

Zur Durchführung des Versuchs bringt man Streifen von etwa 15 mm Breite (die Breite der Streifen ist ohne Einfluß auf das Ergebnis) und 250 mm Länge bei hochgehobenem Querbalken so in die Klemmen, daß sie in einer Entfernung von 1 bis 2 mm *neben* den Maßstäben herunterhängen. Die untere Kante der Streifen muß die Maßstäbe um 5 bis 10 mm überragen. Senkt man nun den Querbalken bis zu seiner tiefsten Lage, so tauchen sämtliche Streifen in Wasser, das im Papier aufsteigt, zuerst schnell, dann immer langsamer. Als Maß für die Beurteilung hat sich die Saughöhe nach 10 min allgemein eingebürgert. Da die Saughöhe in der Längsrichtung meist etwas größer ist als in der Querrichtung, so prüft man 5 Streifen jeder Richtung und bildet aus den abgelesenen 10 Werten das Mittel.

Die Saughöhen der im Handel vorkommenden Löschpapiere sind sehr verschieden; die schlechtesten zeigen Saughöhen herunter bis zu 15 mm. Bei mittlerer Handelsware findet man Saughöhen von etwa 40 bis 60 mm, bei den besten Erzeugnissen solche von über 100 mm herauf bis 150 mm und mehr.

Bei 214 aus dem Handel aufgekauften und auf Saughöhe geprüften Löschpapieren ergaben sich die in Zahlentafel 29 in Gruppen geordneten Werte.

Zahlentafel 29. Saughöhenwerte von Löschpapieren.

	Saughöhe nach 10 min in mm															
	0 bis 10	11 bis 20	21 bis 30	31 bis 40	41 bis 50	51 bis 60	61 bis 70	71 bis 80	81 bis 90	91 bis 100	101 bis 110	111 bis 120	121 bis 130	131 bis 140	141 bis 150	151 bis 160
Anzahl der Papiere	—	4	27	<b>47</b>	15	17	18	29	15	15	18	3	1	2	2	1
Prozente	—	2	13	<b>22</b>	7	8	8	14	7	7	8	1	0,5	1	1	0,5

KLEMM<sup>2</sup> hat für die Abstufung der Löschpapiere nach ihrer Saughöhe folgende Einteilung in Vorschlag gebracht:

- Stufe 0: weniger als 20 mm Saughöhe . *ungenügend*,
- Stufe 1: 20 bis 40 mm . . . . . *schwach*,
- Stufe 2: 41 bis 60 mm . . . . . *mittel*,
- Stufe 3: 61 bis 90 mm . . . . . *groß*,
- Stufe 4: 91 bis 120 mm . . . . . *sehr groß*,
- Stufe 5: mehr als 120 mm . . . . . *außerordentlich groß*.

*Saugfähigkeit für Öl.* Bei Isolierpapieren interessiert die Aufnahmefähigkeit für Öl. Man verwendet hierbei zur Prüfung je nach dem Verwendungszweck der Papiere Rizinusöl oder Transformatoröl. Die Saughöhe für Transformatoröl wird gewöhnlich bei Zimmertemperatur, die für Rizinusöl bei 100° ermittelt. Im letzteren Falle wird ein mit Rizinusöl gefülltes Gefäß in ein Ölbad gehängt und das Bad auf 100° erhitzt. Als Halter für die Papierstreifen benutzt man zweckmäßig den Oberteil des KLEMMschen Löschpapier-

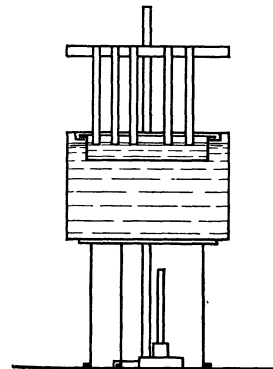


Abb. 195. Gerät zur Bestimmung der Saughöhe für Öl.

<sup>1</sup> NOLL u. PREISS: Papierfabrikant **32** (1934) S. 465.

<sup>2</sup> KLEMM: Handbuch der Papierkunde, 3. Auflage, S. 313. Leipzig 1923.

prüfers, der an einem Stativ befestigt wird (Abb. 195). Die Saughöhe wird an je 5 Streifen aus der Längs- und Querrichtung bestimmt; maßgebend ist das Mittel aus den 10 Einzelwerten. Zahlentafel 30 gibt die Ergebnisse einiger im Materialprüfungsamt untersuchter Papiere wieder:

Zahlentafel 30. Saughöhenwerte für Öl von einigen Kabel- und Isolierpapieren.

Bezeichnung der Papiere	Anzahl	Saughöhe in mm für			
		Rizinusöl von 100°		Transformatoröl von 19° (Viskosität 7,75 nach ENGLER)	
		nach 10 min	nach 1 h	nach 10 min	nach 1 h
Kabelpapier, nicht komprimiert . . . . .	1	7,9	13	—	—
Kabelpapier, komprimiert . . . . .	1	5,4	8,3	—	—
Starkstromkabelpapier . . . . .	6	4,7—6	9,2—10	—	—
Isolierpapier . . . . .	7	6,7—8	9,8—14	—	—
Isolierkarton, saugfähig . . . . .	2	—	—	6	—
Natron-Cellulosepapier . . . . .	3	—	—	5—6	9—11

**2. Beurteilung von Löschpapier nach der Saugfähigkeit von der Fläche aus.** Mitunter findet man Löschpapiere, die sich, obwohl sie eine große Saughöhe aufweisen, beim praktischen Gebrauch nicht bewähren, weil sie auch

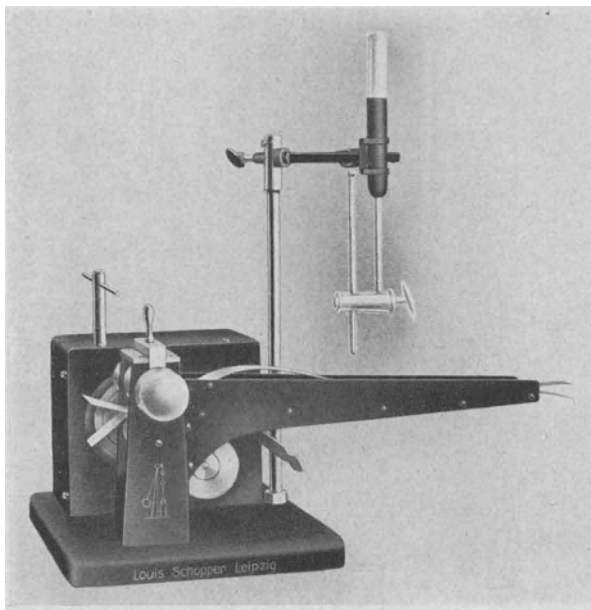


Abb. 196. Löschpapierprüfer nach DALÉN.

bei vorsichtig und langsam vorgenommenem Ablöschen der Schrift die Tinte nicht aufsaugen, sondern auf dem Schreibpapier verschmieren. Dieser Fehler beruht auf verzögerter Aufnahme der Tinte von der Oberfläche des Löschpapiers aus, d. h. auf ungenügender *Benetzbarkeit*. Bei der Bestimmung der Saughöhe ist zwar in einzelnen Fällen eine kleine Verzögerung im Aufstieg des Wassers beim Einsenken des Versuchsstreifens beobachtet worden, aber sie ist meist von viel zu kurzer Dauer, um gemessen werden zu können und daher für die Prüfung und Beurteilung nicht auswertbar.

Daß für die Beurteilung von Löschpapier die Saughöhe nicht voll genügt, geht auch aus den von verschiedenen Seiten gemachten Vorschlägen für neue oder ergänzende Prüfungsarten hervor, von denen jedoch keine eine allgemeine Anwendung gefunden hat. Die wichtigsten dieser Vorschläge sind in HERZBERG, Papierprüfung, 5. Aufl., S. 183 beschrieben und kritisch besprochen.

Beim Ablöschen mit einem gewöhnlichen bogenförmigen Löscher kann man schon eine recht brauchbare Vorstellung von der Benetzbarkeit erhalten<sup>1</sup>. Mit einem gut benetzbaren Papier kann man Tintenkleckse und breite Tintenstriche

<sup>1</sup> HOLWECH [Papir-J. 17 (1929) S. 273] benutzt einen Löscher, der bei konstanter Belastung eine wiegende Bewegung mit konstanter Geschwindigkeit ausführt.

auch bei ziemlich schneller Bewegung des Löschers scharf ablöschen, mit einem schlecht benetzbaren läßt sich die Tinte dagegen auch bei sehr langsamem und vorsichtigem Arbeiten nicht ablöschen, ohne daß sie auf dem Schreibpapier ausgedrückt wird. Ein Weg für die Feststellung der Benetzbarkeit ist hiermit gegeben und es handelt sich nur darum, die Versuche so anzuordnen, daß zahlenmäßige Angaben erhalten werden. Diese Angaben können in zweierlei Weise erfolgen; entweder gibt man an, mit welcher größten Geschwindigkeit abgelöscht werden kann, ohne daß Ausquetschen stattfindet, oder man bestimmt bei gleichbleibender Löschgeschwindigkeit die Größe des Ausquetschens. DALÉN wählte den zweiten Weg und entwickelte einen Apparat, der die Bestimmung der Saugfähigkeit von der Fläche aus gestattet<sup>1</sup> und sich weitgehend auch im Ausland eingebürgert hat.

*Löschpapierprüfer nach DALÉN* (Abb. 196). Ein Tintentropfen von bestimmter Größe wird aus einer Bürette auf einen Schreibpapierstreifen gebracht, der dann zusammen mit einem Löschpapierstreifen durch ein Walzenpaar mit gleichförmiger Geschwindigkeit gewalzt wird.

Ein kleiner Elektromotor treibt eine in einem Bock gelagerte Walze mit gleichmäßiger Geschwindigkeit an (Abb. 197). Über diese Walze ist eine Druckwalze gelagert, die, um den Papierstreifen leicht einführen zu können, angehoben werden kann. Der Streifen erhält eine sichere Führung durch eine an den Bock angebaute Rinne. Der Löschpapierstreifen wird von oben aufgelegt, nachdem der Tintentropfen auf das Schreibpapier gebracht worden ist.

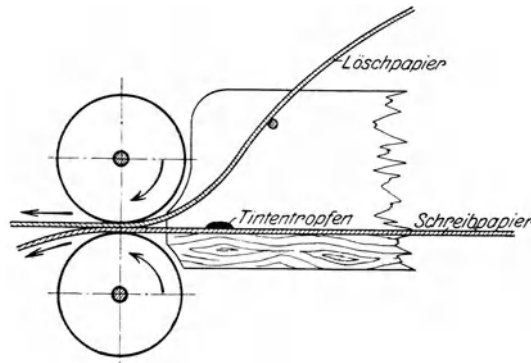


Abb. 197. Wirkungsweise des Löschpapierprüfers nach DALÉN (schematisch).

Der Tintentropfen wird je nach der Saugfähigkeit des Löschpapiers mehr oder weniger der Länge nach ausgequetscht und es ergeben sich Ablöschbilder, die für die Güte des Papiers kennzeichnend sind: Gute Löschpapiere geben kurze Ablöschlängen, schlechte Sorten sind an einer langen Tintenbahn kenntlich. Gemessen wird die Länge der ausgewalzten Tintenbahn unter Ausschluß des Klecksdurchmessers.

Abb. 198 zeigt in halber Größe die Ablöschfiguren der Tropfen von 4 verschiedenen Löschpapieren: a von einem gut benetzbaren, b und c von einem mittelgut und d von einem schlecht benetzbaren. Das Ablöschbild c weicht durch seine Breite von den übrigen ab. Diese Breite des Ablöschbildes ist charakteristisch für alle sehr *dünnen* Löschpapiere und nimmt auch nicht bei Verwendung von mehreren aufeinandergelegten Blättern ab. Für die Beurteilung müßte demnach nicht nur die Länge, sondern auch die Breite bzw. die Fläche des Ablöschbildes berücksichtigt werden; um aber das Verfahren so einfach wie möglich zu gestalten, hat DALÉN von der Bestimmung der Fläche abgesehen. Zum Vergleich zeigt Abb. 198 auch die Einwirkung der 4 Papiere auf etwa 2 mm breite mit der Ziehfeder gezogene Tintenstriche.

Die Auslaufbilder sind unmittelbar nach dem Versuch auf dem Lösch- und Schreibpapier gleich, aber beim Liegen läuft die Tinte im Löschpapier etwas aus und aus diesem Grunde sind zum Ausmessen die Schreibpapierstreifen zu benutzen.

<sup>1</sup> DALÉN: Prüfung des Löschpapiers von der Oberfläche aus. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1922, S. 238.

Die Länge der Ablöschstreifen ist bei den meisten Löschpapieren in der Maschinen- und Querrichtung und auf der Sieb- und Oberseite etwas verschieden,

aber der Unterschied ist nur gering und außerdem ist keine Seite oder Richtung bevorzugt. Da es immerhin möglich wäre, daß bei einem Papier sich die beiden Seiten verschieden verhalten, ist es zweckmäßig, beide Seiten zu prüfen.

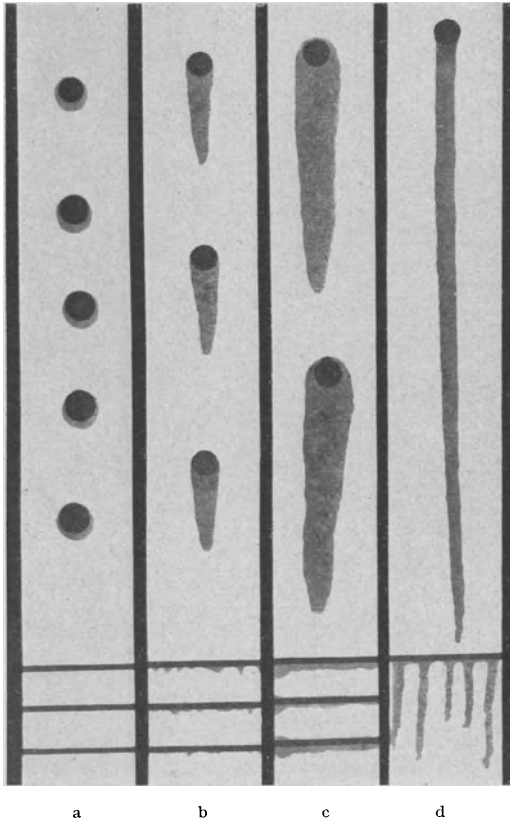


Abb. 198. Ablöschstreifen.

**Einige Versuchsergebnisse bei der Untersuchung von Löschpapieren.** Mit 38 Löschpapieren, guten, mittleren und geringen Sorten, wurden Saughöhe und Länge der Ablöschstreifen bestimmt und ferner praktische Lösversuche vorgenommen. Hierzu wurden auf Schreibpapier  $1\frac{1}{2}$  mm breite Tintenstriche gezogen und schnell abgelöscht. Nach dem Aussehen der abgelöschten Striche wurden die Löschpapiere dann in 4 Gruppen geteilt. Gruppe I enthält die Papiere, welche auch bei sehr schnellem Ablöschen die Tinte nicht ausquetschen; Gruppe II die, welche ein *schwaches*, Gruppe III die, welche ein *deutliches* und Gruppe IV die, welche ein *starkes* Ausquetschen der Tinte verursachen. Wie aus der Zahlentafel 31 ersichtlich, ist die Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen bei Beurteilung nach der Länge der Ablöschstreifen und den praktischen Versuchen recht gut. Der Vergleich der praktischen Befunde mit der Saughöhe zeigt dagegen, daß wohl in der Regel gute Löschpapiere hohe Saughöhenwerte haben, aber

auch, daß, von dieser Regel Ausnahmen vorkommen, die eine Beurteilung nach der Saughöhe allein unsicher machen.

Für die zahlenmäßige Feststellung der Güte eines Löschpapiers liefert jedenfalls die Prüfung von der Oberfläche aus durch Bestimmung der Benetzbarkeit zuverlässigere und mit der praktischen Verwendung besser übereinstimmende Werte als die Saughöhe.

Zahlentafel 31.

Gruppe	Anzahl der Papiere	Länge der Ablöschstreifen mm	Saughöhe mm
I	10	3— 7	85—129
II	13	9— 41	42—166
III	9	48—135	26— 66
IV	6	131—257	23— 46

**Sonstige Anforderungen an Löschpapier.** Durch die *Saugfähigkeit* allein ist die Güte eines Löschpapiers noch nicht ausreichend gekennzeichnet. Von einem brauchbaren Löschpapier muß man außerdem eine gewisse *Festigkeit* verlangen; es darf nicht übermäßig leicht einreißen und muß ferner soviel Zusammenhang besitzen, daß es nicht abfasert. Daß im allgemeinen mit zunehmender Saughöhe die Festigkeit abnimmt, geht aus Zahlentafel 32 hervor; nur das zuletzt aufgeführte Papier macht davon eine Ausnahme und zeigt, daß es möglich ist, bei ausreichender Saughöhe auch eine für Löschpapier gute Festigkeit zu erzielen. Versuche mit den drei erstgenannten Papieren haben hingegen gezeigt, daß sie den praktischen Ansprüchen nicht genügen. Ihre Festigkeit war so gering, daß die Blätter schon nach kurzem Gebrauch einrissen und abfaserten.

Daß im allgemeinen mit zunehmender Saughöhe die Festigkeit abnimmt, geht aus Zahlentafel 32 hervor; nur das zuletzt aufgeführte Papier macht davon eine Ausnahme und zeigt, daß es möglich ist, bei ausreichender Saughöhe auch eine für Löschpapier gute Festigkeit zu erzielen. Versuche mit den drei erstgenannten Papieren haben hingegen gezeigt, daß sie den praktischen Ansprüchen nicht genügen. Ihre Festigkeit war so gering, daß die Blätter schon nach kurzem Gebrauch einrissen und abfaserten.

Zahlentafel 32. Ergebnisse der Prüfung von 12 Löschpapieren auf Festigkeit und Saughöhe.

Laufende Nummer	Mittlere Reißlänge m	Mittlere Dehnung %	Saughöhe nach 10 min mm	Laufende Nummer	Mittlere Reißlänge m	Mittlere Dehnung %	Saughöhe nach 10 min mm
1	275	1,1	199	7	725	0,6	52
2	300	1,2	202	8	825	0,6	68
3	325	0,5	189	9	1025	1,7	59
4	525	0,7	132	10	1350	0,9	44
5	550	1,0	131	11	1825	1,1	34
6	625	1,2	85	12	2250	2,2	89

Eine weitere Forderung, die an gutes Löschpapier gestellt werden muß, ist die, daß es bei *wiederholtem Ablöschen* an der gleichen Stelle seine Saugfähigkeit möglichst langsam verliert. Diese Eigenschaft dürfte zur Stoffzusammensetzung in Beziehung stehen. Außer praktischen Prüfungen mit dem Löscher liegen geeignete Verfahren für die Feststellung dieser Eigenschaft nicht vor.

Eine von BEADLE und STEVENS<sup>1</sup> vorgeschlagene, in HERZBERG, Papierprüfung, VI. Auflage, S. 199 näher beschriebene Methode beruht auf folgender Beobachtung: Läßt man auf Löschpapier einen Tintenklecks eintrocknen und zieht dann quer über den Rand weg Tintenstriche, so wird die Tinte des Striches in der Mitte des Kleckses noch gut aufgesaugt, am Rande aber nicht mehr (Abb. 199). In einer gewissen Randzone, die bei verschiedenen Papieren verschieden breit ist, hat das Papier die Fähigkeit, Tinte aufzusaugen, verloren. Je breiter diese Randzone ist, um so weniger wird das Papier für wiederholtes Ablöschen geeignet sein. Als Maß schlagen BEADLE und STEVENS die *Breite* dieser nichtlöschenden Randzone bei einem Klecks vor, der durch Aufbringen von 1 cm<sup>3</sup> Tinte auf das Löschpapier erzeugt worden ist. Nach der Größe der Randzone beurteilt, wären also die Löschpapiere mit kleiner Zone am längsten gebrauchsfähig, die mit großer Randzone weniger. Bei vergleichenden Versuchen im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem<sup>2</sup> hat sich das Verfahren jedoch nicht bewährt, da man vielfach bei besonders saugfähigen Papieren große und bei schlecht saugenden kleine Randzonen beobachtet hat.

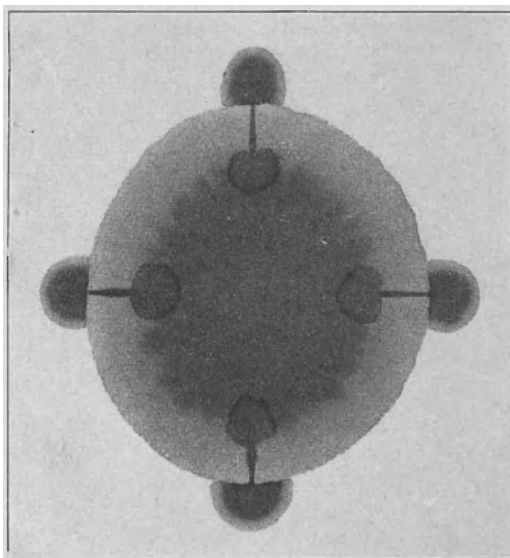


Abb. 199. Randzone bei Tintenklecksen.

### 3. Bestimmung der Saugfähigkeit von Zellstoffwatte nach PRAETORIUS und HILLMER.

*Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und Ingenieure*<sup>3</sup>.

*Beschreibung des Geräts.* Die Methode beruht auf der Messung der Wassermenge, die von einer Säule aus rundgestanzten Zellstoffwatteschleibchen unter

<sup>1</sup> BEADLE u. STEVENS: Pulp Paper Can. 1904. — Papierztg. 29 (1904) Nr. 104. — Wbl. Papierfabr. 36 (1905) Nr. 23.

<sup>2</sup> HERZBERG: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1909, S. 46.

<sup>3</sup> PRAETORIUS, P. u. A. HILLMER: Papierfabrikant 38 (1940) S. 165 und Merkblatt 27 des genannten Vereins. — Zahlenwerte für die Saugfähigkeit von vier Wattemustern, die zur Kontrolle der Reproduzierbarkeit der Methode an vier verschiedenen Stellen untersucht worden sind, wurden von A. NOLL veröffentlicht [Papierfabrikant 40 (1942) S. 65].



festgelegten Bedingungen hochgesaugt wird. Das Prüfgerät (Abb. 200) besteht aus drei senkrechten Winkelblechen (A), die durch drei waagerechte Ringe (B) zusammengehalten sind. Am untersten der Ringe sind Füße angeschraubt. Der zylindrische Raum innerhalb der Winkelbleche, von denen eines mit Millimeterteilung zur Messung der Zusammendrückbarkeit, das andere mit einer Skala zur unmittelbaren Ablesung des spezifischen Volumens der Wattesäule (in  $\text{cm}^3/\text{g}$ ) versehen ist, hat einen Durchmesser von 31 mm. Der Durchmesser der Wattescheibchen beträgt 30 mm. Der Nullpunkt beider Skalen liegt 10 mm über Unterkante der Füße. In derselben Höhe befindet sich ein auswechselbarer Gitterboden (C), auf dem die Wattesäule ruht; er besteht aus einem Messingring mit fünf angelöteten Drähten. Zur Belastung der Wattesäule dient ein Gewicht (D), das mit dem Führungsstab zusammen 100 g wiegt, so daß auf die oberste Wattescheibe ein Druck von  $14 \text{ g/cm}^2$  ausgeübt wird. Erforderlich sind ferner drei Aluminiumschalen mit völlig flachem Boden (Durchmesser 120 mm), die vor dem Versuch mit  $100 \text{ cm}^3$  destilliertem Wasser von  $20^\circ$  gefüllt sind. Die Abmessungen sind hierbei so gewählt, daß die Gitterstäbe in das Wasser eintauchen, nicht aber die Wattescheiben selbst.

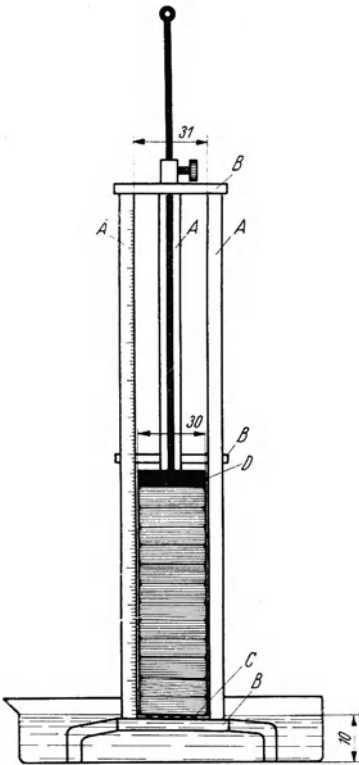


Abb. 200. Gerät zur Bestimmung der Saugfähigkeit von Zellstoffwatte.

Der Nullpunkt beider Skalen liegt 10 mm über Unterkante der Füße. In derselben Höhe befindet sich ein auswechselbarer Gitterboden (C), auf dem die Wattesäule ruht; er besteht aus einem Messingring mit fünf angelöteten Drähten. Zur Belastung der Wattesäule dient ein Gewicht (D), das mit dem Führungsstab zusammen 100 g wiegt, so daß auf die oberste Wattescheibe ein Druck von  $14 \text{ g/cm}^2$  ausgeübt wird. Erforderlich sind ferner drei Aluminiumschalen mit völlig flachem Boden (Durchmesser 120 mm), die vor dem Versuch mit  $100 \text{ cm}^3$  destilliertem Wasser von  $20^\circ$  gefüllt sind. Die Abmessungen sind hierbei so gewählt, daß die Gitterstäbe in das Wasser eintauchen, nicht aber die Wattescheiben selbst.

*Durchführung der Prüfung.* Von der bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit klimatisierten Zellstoffwatte, am besten im Format  $30 \times 40 \text{ cm}$ , werden 25 Blatt abgezählt und zweimal kreuzweise gefalzt, so daß 100 Blatt mit einer Fläche von je  $300 \text{ cm}^2$  aufeinanderliegen. Vor dem Falzen legt man einen Bogen Seidenpapier (möglichst farbig) auf ein Viertel der Wattefläche, damit derselbe nach dem Falzen die obersten 25 Blatt der Watte von den darunter befindlichen 75 Blatt abtrennt. Über und unter dem Wattestapel liegt ein Deckblatt aus Packpapier. Mit Hilfe von Locheisen und Hammer werden aus der so vorbereiteten Watte 18 bis 20 Blocks zu je 100 Scheiben von 30 mm Dmr. ausgestanzt. Durch den Druck des Locheisens und die Weich-

heit der Watte haben die ausgestanzten Blocks ein pilzförmiges Aussehen; die oberen Scheibchen sind gewölbt und die Ränder der Einzelscheibchen vielfach miteinander durch Quetschung verheftet. Durch Entlangstreichen mit der Pinzette wird diese Verheftung beseitigt, wobei man die Blocks an den Deckblättern mit zwei Fingern hält, ohne die Watte selbst zu berühren. Da der Durchmesser der oberen Scheiben infolge der anfangs vorhandenen Wölbung mehr als 30 mm beträgt, werden die oberen etwa 25 Scheiben samt den beiden Packpapierscheiben verworfen. Von den so hergerichteten Blocks werden  $10,0 \text{ g}$  abgewogen und mit der Pinzette in das Gerät auf den Gitterboden aufgelegt, und zwar derart, daß die Kreppfalten mit den Längsstäben des Gitterbodens rechte Winkel bilden. Vor dem Einlegen der Wattedeckscheiben ist das leere Gerät mit dem entfetteten Gitterboden bis knapp über diesen in destilliertes Wasser kurz einzutauchen und abzuschütteln, jedoch nicht zu trocknen. Ferner ist darauf zu achten, daß die Blocks möglichst nicht zerteilt werden, und daß der

zum Gewichtsausgleich bei der Einwaage angebrochene Block als oberster in das Gerät eingelegt wird. Das Ganze soll eine möglichst geschlossene Säule bilden. Nun wird das bisher in seiner höchsten Stellung unter dem Deckel durch die Stellschraube gehaltene Gewicht dreimal auf die Wattesäule fallen gelassen und in der nunmehrigen Ruhelage mit der Stellschraube arretiert.

Die drei entfetteten Aluminiumschalen werden mit destilliertem Wasser ausgespült, jedoch nicht getrocknet. Darauf werden mit Hilfe eines Meßzylinders in jede Schale 100 ccm destilliertes Wasser eingefüllt. Auf waagerechte und erschütterungsfreie Lage der Schalen während der Bestimmung ist zu achten. Unter gleichzeitigem Auslösen einer zweiknöpfigen Stoppuhr (mit Anhalte- und Rückstellknopf) wird das in der oben beschriebenen Weise mit Watte gefüllte Gerät in die erste Schale eingesetzt, nach 5 s herausgehoben, über der Schale mit kurzem Ruck von etwa anhängenden Tropfen befreit und in die zweite Schale eingesetzt. Nach einer Versuchsdauer von 25 s wird das Gerät in gleicher Weise aus der zweiten in die dritte Schale gebracht und darin 150 s belassen.

Während der Pausen, die zum Wechseln der Schalen benötigt werden, und die je etwa 3 s dauern sollen, wird die Stoppuhr arretiert. Bei Beendigung des Versuches zeigt also die Stoppuhr  $5 + 25 + 150 = 180$  s an. Jetzt werden die in den Schalen verbleibenden Wasserreste nacheinander in den Meßzylinder zurückgegossen und die fehlende, von der Watte aufgesaugte Wassermenge mit einer Genauigkeit von 0,5 ccm abgelesen. Angegeben wird die gesamte Wasseraufnahme nach 5, 30 und 180 s.

Die Einheitsmethode sieht ferner die Bestimmung des *Quadratmetergewichtes*, des *spezifischen Volumens* und der *Zusammendrückbarkeit* der Watte vor.

*Quadratmetergewicht*: Für die Berechnung dient die Formel:

$$G_q = \frac{\text{Gesamtscheibengewicht (in g)} \cdot 10000}{\text{Gesamtscheibenfläche (in cm}^2\text{)}} \left[ \frac{\text{g}}{\text{m}^2} \right].$$

Zunächst wird nach dem Abwägen von 10,0 g Wattescheibchen deren Anzahl festgestellt. In einfachster Weise geschieht dies durch Ermittlung der Anzahl der vollen Watteblocks (die ihrerseits 75 Scheiben enthalten), wobei der beim Einwägen angebrochene Block durch Vergleich seiner Höhe mit der eines vollen Watteblocks abgeschätzt wird.

*Spezifisches Volumen*. Das spezifische Volumen der Wattesäule im unbelasteten Zustand wird direkt an der einen Skala der Apparatur in  $\text{cm}^3/\text{g}$  abgelesen. Die Ablesung geschieht nach dreimaligem Fallenlassen des 100 g-Gewichtes auf die in das Gerät eingebrachte Wattesäule von 10 g. Vor dem Ablesen wird jedoch das Belastungsgewicht wieder in seine obere Ruhelage gebracht und dort mit der Stellschraube festgehalten. Das dreimalige Stauchen der Wattesäule ist notwendig, um die beim Einlegen der Watteblocks entstandenen Hohlräume zu beseitigen.

*Zusammendrückbarkeit*. Nach dreimaligem Fallenlassen des Belastungsgewichts wird die Höhe ( $h_b$ ) der belasteten Wattesäule an der zweiten Teilung in Millimetern abgelesen, nach dem Anheben und Festlegen des Gewichts in der oberen Ruhelage in gleicher Weise die Höhe ( $h_u$ ) der unbelasteten Wattesäule. Daraus ergibt sich dann die Zusammendrückbarkeit ( $z$ ) in Prozenten

$$z = \frac{h_u - h_b}{h_u} \cdot 100.$$

## VII. Wasseraufnahmevermögen.

Zur Kennzeichnung des Verhaltens von Papier und Pappe gegenüber Wasser dient außer der Wasserdurchlässigkeit und der Saugfähigkeit auch das *Wasseraufnahmevermögen*. Dieses wird in einfacher Weise dadurch bestimmt, daß man

z. B. 1 dm<sup>2</sup>-Abschnitte eine bestimmte Zeit in Wasser von bestimmter Temperatur taucht, die Wasseraufnahme aus der Differenz des Gewichtes der Proben vor und nach der Wasserbehandlung bestimmt und in Prozenten, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, angibt.

Bei dieser Bestimmung ist darauf zu achten, daß das oberflächlich anhaftende Wasser vor der Wägung entfernt wird. Zu diesem Zwecke wird die Probe im allgemeinen nach dem Tauchen zwischen Filtrierpapier leicht abgedrückt. Eine völlige Entfernung des anhaftenden Wassers ohne gleichzeitig einen, wenn auch nur geringen Teil des aufgesaugten Wassers mitzuentfernen, ist jedoch kaum möglich. Dieser Umstand ist ein nicht zu umgehender Nachteil der Methode. Um aber wenigstens zu vergleichbaren Werten zu kommen, ist es angebracht, bei der Entfernung des anhaftenden Wassers in einer bestimmten Weise vorzugehen, z. B. dadurch, daß man die zwischen Filtrierpapier gebrachte Probe mit einer Rolle von bestimmtem Gewicht ein oder mehrere Male überwalzt oder entsprechend der Vorschrift nach RAL 478 A (Lieferbedingungen und Prüfverfahren für *Kofferhartpappen*) verfährt.

Nach dieser Vorschrift wird die aus dem Wasser genommene Pappenprobe ganz leicht mit der Ober-, der Unterseite und den 4 Schnittkanten je 1 s gegen ein gut saugendes Löschblatt gedrückt und unmittelbar darauf gewogen.

Ein Sonderverfahren besteht für die Bestimmung der Wasseraufnahme von *Spinnpapier*. Hiernach wird aus 10 Probeblättern je ein Abschnitt in der Größe 10 × 10 cm entnommen, mindestens 12 h bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit ausgelegt und auf einer Quadrantenwaage mit  $\frac{1}{100}$  g-Einteilung gewogen; die Milligramm sind zu schätzen. Darauf werden die Proben 5 s in Wasser von 19 bis 20° getaucht, zwischen Filtrierpapier Nr. 501 der Firma Schleicher u. Schüll mit 10 g/cm<sup>2</sup> belastet und nach 30 s wieder gewogen. Die Wasseraufnahme wird in Prozenten, bezogen auf das Gewicht des lufttrocknen Papiers angegeben.

Hierbei ist folgendes zu beachten: Das Tauchgefäß muß einen abgerundeten Rand haben. Beim Herausnehmen wird die Probe zur Entfernung des anhaftenden Wassers beiderseitig leicht über den Rand des Gefäßes gezogen, darauf zwischen 2 Blätter des Filtrierpapiers in der Größe von 120 × 120 mm gelegt. Die Packung wird zwischen 2 Glasplatten in der Größe von ebenfalls 120 × 120 mm gelegt, von denen die obere durch Auflegen von Gewichten auf ein Gesamtgewicht von 1440 g gebracht wird. Die Proben werden in der vorbeschriebenen Weise nacheinander behandelt und gewogen. Der Feuchtigkeitsvorgang ist so vorzubereiten, daß zwischen Herausnahme der Probe aus dem Wasser und Auflegen der belasteten Glasplatte auf die Packung nicht mehr als 15 s vergehen.

Bei Papieren mit *Oberflächenpräparation* kommt es meist auf das Wasseraufnahmevermögen allein von der *Oberfläche* aus an. Es ist deshalb zu verhindern, daß während des Tauchens der Proben Wasser vom Querschnitt aus aufgenommen wird. Zu diesem Zweck werden die Ränder der Proben vor der Wasserbehandlung in geschmolzenes Paraffin getaucht und dadurch der Wassereinwirkung entzogen. Die Breite des Paraffinrandes soll 2 bis 3 mm nicht überschreiten. Die Wasseraufnahme ergibt sich dann aus dem Gewicht der getauchten Probe abzüglich des Gewichtes der lufttrocknen Probe nach dem Paraffinieren. Sie wird bezogen auf das Gewicht der lufttrocknen Probe vor dem Paraffinieren nach Abzug des Papiergewichtes der paraffinierten Randzone. — In gleicher Weise kann auch das Aufnahmevermögen für andere Flüssigkeiten bestimmt werden.

Für die Prüfung von *einseitig präparierten*, sog. „abwaschbaren“ *Tapeten* auf Wasseraufnahme wurde im Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem von KORN und SONDERHOFF folgendes Verfahren entwickelt:

Zwei übereinander gelegte Bogen eines weichen Löschpapiers (etwa 130 g/m<sup>2</sup>, Saughöhe etwa 130 mm) werden 10 s in Wasser von 19 bis 20° getaucht, über den Rand des Gefäßes abgestrichen und auf eine Glasplatte gebracht. Darauf wird mit der Oberseite nach unten die zu prüfende Tapete in einer Abmessung von 100 × 100 mm gelegt, ohne daß Luftblasen entstehen, und mit einer zweiten

Platte von der Größe  $98 \times 98$  mm bedeckt, die nicht über die Tapete hinausragen darf, da vermieden werden muß, daß Wasser zwischen Tapetenrückseite und Glasplatte eindringt. Die Packung wird unter Berücksichtigung des Gewichtes der aufgelegten Platte mit  $20 \text{ g/cm}^2$  belastet. Eine Minute nach dem Auflegen der Tapete auf das nasse Löschpapier wird die Probe aus der Packung genommen, auf eine mit Filtrierpapier bedeckte Glasplatte gebracht; die Oberseite zur Entfernung des anhaftenden Wassers mit 2 Blatt des Löschpapiers in der Größe von  $100 \times 100$  mm bedeckt und 2 s mit  $50 \text{ g/cm}^2$  belastet. Die Wasseraufnahme ergibt sich aus der Differenz des Gewichtes der Probe vor und nach der Feuchtung und ist in Prozenten, bezogen auf das Gewicht der lufttrocknen Probe, anzugeben. Es sind 5 Einzelbestimmungen zu machen, aus denen das Mittel zu bilden ist.

### VIII. Naßfestigkeit.

Bei den im Abschnitt IV beschriebenen Druckversuchen wird die eingespannte Probe gleichzeitig auch auf Festigkeit beansprucht. Würde man den Druck nicht nur bis zum Durchtritt des Wassers, sondern bis zum Zerplatzen des Papiers steigern, so stellte dieser Versuch eine Art Naßfestigkeitsprüfung dar. Abgesehen von Schwierigkeiten bei der praktischen Durchführung mit den vorher beschriebenen Apparaten, würde die Einwirkungsdauer des Wassers je nach der Festigkeit des Papiers verschieden sein; die Versuchsbedingungen wären also nicht gleich. Deshalb ist es zweckmäßiger, die Anfeuchtung und die Festigkeitsbestimmung getrennt vorzunehmen. Die Proben werden hierzu eine bestimmte Zeit in Wasser von bestimmter Temperatur belassen und darauf einer Prüfung auf Festigkeit (Zugfestigkeit oder Berstwiderstand) unterzogen. Die *relative* Naßfestigkeit  $F_r$  ergibt sich dann nach folgender Formel:

$$F_r = \frac{F_n}{F_t} \cdot 100 [\%]$$

$F_n$  = Festigkeit des nassen Papiers,  $F_t$  = Festigkeit des lufttrocknen Papiers.

Die Naßfestigkeit von *Spinnpapier* wird wie folgt bestimmt: Aus 10 Probeblättern wird je ein Streifen in der Länge von 240 mm aus der Längsrichtung entnommen. Die Streifen werden nacheinander 5 s in Wasser von  $19$  bis  $20^\circ$  getaucht, darauf zwischen Filtrierpapier Schleicher u. Schüll Nr. 591 gelegt und mit  $10 \text{ g/cm}^2$  belastet. Nach 30 s erfolgt die Prüfung auf Bruchlast. Das Tauchgefäß soll eine Höhe von mindestens 300 mm und einen abgerundeten Rand haben. Zum raschen Eintauchen wird der Streifen am unteren Ende mit rund 8 g belastet. Im übrigen gilt für den Feuchtungsvorgang das auf S. 224 für die Bestimmung der Feuchtigkeitsaufnahme von Spinnpapier Gesagte. Die Größe des Filtrierpapierses soll  $290 \times 30$  mm, die der Glasplatten  $300 \times 60$  mm betragen. Die obere Glasplatte ist durch Auflegen von Gewichten auf ein Gesamtgewicht von 870 g zu bringen. Die Naßfestigkeit wird in Prozenten der Trockenfestigkeit angegeben.

### IX. Wasserdampfdurchlässigkeit.

**Allgemeines.** Einschlagpapiere für Waren, die beim Lagern keine Feuchtigkeit abgeben sollen, wie Tabak<sup>1</sup>, Brot, Gefrierkonserven<sup>2</sup> usw. oder für Waren, die keine Feuchtigkeit aufnehmen sollen, wie Keks, Zwieback u. dgl. müssen möglichst undurchlässig für Wasserdampf sein.

<sup>1</sup> Vgl. J. ENSSLINGER: Der Einfluß der Verpackung auf den Feuchtigkeitsaustausch zwischen Zigaretten und der Außenluft verschiedenen Wassergehaltes. Diss. T. H. Dresden, 1937; Auszug Z. VDI, Beiheft Verfahrenstechnik 1938, S. 128.

<sup>2</sup> Vgl. G. KAESS: Verpackung 15 (1940) S. 323 und: Papierfabrikant-Wochenbl. f. Papierfabrikation, 1943, Heft 6, S. 203—215. — PARIS, P.: Papier-Ztg. 67 (1942) S. 151 u. 198 sowie S. 439.

Die Wasserdampfdurchlässigkeit von Papier und Cellulosefolien ist hauptsächlich auf das Sorptionsvermögen<sup>1</sup> dieser Stoffe für Wasserdampf zurückzuführen. Steht die eine Seite eines Papierblattes mit Luft von hoher, die andere Seite mit Luft von geringer Feuchtigkeit in Berührung, so nimmt das Papier aus der feuchten Luft Wasserdampf auf, während es auf der anderen Seite Wasserdampf an die trockenere Luft abgibt. Dies führt zu einem unterschiedlichen Wassergehalt des Papiers in den beiden äußeren Papierschichten und als Folge des Feuchtigkeitsgetälles zu einer dauernden Wanderung (Diffusion) von Wasser von der feuchten zur trockneren Seite.

Die Diffusion von Feuchtigkeit durch eine feste Wand eines Wasserdampf absorbierenden Stoffes läßt sich in Anlehnung an das Diffusionsgesetz für Wärmeleitung durch die nachstehende Gleichung darstellen<sup>2</sup>:

$$W = \frac{F \cdot t}{\frac{d}{k} + C} (c_A - c_B) \quad (1)$$

$W$  = diffundierende Wassermenge [g],  $t$  = Prüfdauer [s],  
 $F$  = freie Durchgangsfläche [cm<sup>2</sup>],  $d$  = Dicke der Probe [cm],

$c_A$  bzw.  $c_B$  = absoluter Feuchtigkeitsgehalt in den Lufträumen beiderseits der Probe  $\left[ \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$ ,

$k$  = Diffusionskonstante  $\left[ \frac{\text{cm}^2}{\text{s}} \right]$ ,  $C$  = Versuchsanordnungskonstante  $\left[ \frac{\text{s}}{\text{cm}} \right]$ .

Die hindurchtretende Feuchtigkeitsmenge ist bei konstanter Temperatur, demnach direkt proportional der Größe der freien Prüffläche, der Versuchsdauer sowie der Differenz der absoluten Feuchtigkeit der Lufträume beiderseits der Probe und umgekehrt proportional der Probendicke.

Bei der Untersuchung von Pappenproben, die durch Abschleifen — also ohne Änderung des Raumgewichts — auf verschiedene *Dicke* gebracht worden waren, konnte LEHMANN-OLIVA<sup>2</sup> die umgekehrte Proportionalität zwischen Wasserdampfdurchlässigkeit und Dicke bestätigen. Demgegenüber nahmen bei Versuchen von STAEDEL<sup>3</sup> die Durchlaßwerte mit steigendem *Quadratmetergewicht* etwas weniger stark ab, als nach (1) zu erwarten wäre, wahrscheinlich infolge einer mit dem Flächengewicht zunehmenden Porosität (Abnahme des Raumgewichts) (Abb. 202).

Die *Diffusionskonstante*  $k$  ist nur bedingt als Materialkonstante anzusehen, da sie außer von der Stoffart noch von der mittleren relativen Luftfeuchtigkeit und damit von dem Feuchtigkeitsgehalt des Papiers beeinflusst wird, und zwar erhöht sich  $k$  mit steigender mittlerer Luftfeuchtigkeit, wie aus Zahlen-tafel 33 hervorgeht<sup>4</sup>.

<sup>1</sup> Siehe S. 102.

<sup>2</sup> Nach LEHMANN-OLIVA: Z. VDI, Beiheft Verfahrenstechnik **1940**, Nr. 1, S. 25. — In ähnlicher Weise auch bei D. NARAYANAMURTI: Z. VDI, Beiheft Verfahrenstechnik **1936**, Nr. 2, S. 13 und B. C. BLOKKER (u. Mitarbeiter): Angew. Chemie **52** (1939) S. 643, sowie G. RAESS: Der Papierfabrikant, Wochenbl. f. Papierfabrikation, 1943, Heft 6, S. 203—215.

<sup>3</sup> STAEDEL, W.: Papierfabrikant **31** (1933) S. 535 u. 545.

<sup>4</sup> Von NARAYANAMURTI wurden an einem Pauspapier von 0,008 mm Dicke folgende Werte gefunden:

Mittlere Luftfeuchtigkeit %	Konzentrationsunter-schied zwischen A und B $10^{-6} \cdot \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$	Diffusions-konstante ( $k$ ) $\frac{\text{cm}^2}{\text{s}}$
92,4	2,19	0,0116
75,2	2,56	0,00359
55,1	3,75	0,000979
32,3	4,10	0,000294

Zahlentafel 33. Diffusionskonstanten einiger Papiere und Pappen und Abhängigkeit der Diffusionskonstante von der mittleren relativen Luftfeuchtigkeit (nach LEHMANN-OLIVA).

Versuchsmaterial	Quadratmetergewicht g/m <sup>2</sup>	Relative Luftfeuchtigkeit %		Mittlere relative Luftfeuchtigkeit %	Konzentrationsunterschied zwischen Luft-raum A und B 10 <sup>-6</sup> · $\frac{g}{cm^3}$	Diffusionskonstante (k) $\frac{cm^2}{s}$
		Luft-raum A	Luft-raum B			
Natronsackpapier 1	75	84,7	58	71,4	4,65	0,00893
Natronsackpapier 2	75					
Natronsackpapier 3	80					
Graukarton 1 . . .	3920	84,7	58	71,4	4,65	0,01060
		84,7	45,8	65,2	6,76	0,00918
		69,1	39,4	54,2	5,22	0,00765
		69,8	28,5	49,1	7,16	0,00746
		48,7	29,9	39,3	3,26	0,00715
Graukarton 2 . . .	2670	84,7	58	71,4	4,65	0,00628

Die „Versuchsarrangementskonstante“ *C* berücksichtigt den Stoffübergangswiderstand bei der Aufnahme und Abgabe des Wasserdampfes an den Grenzflächen der Probe. Sie ist hauptsächlich von der Luftgeschwindigkeit und von der strömungstechnischen Ausbildung des Apparates, in geringem Maße aber auch von der Oberflächenbeschaffenheit der Probe abhängig (raue Oberflächen begünstigen den Wasserdampfdurchgang).

Neben der durch Diffusion bedingten Wasserüberführung ist noch ein Wasserdampfdurchlaß durch die Poren des Papiers in Betracht zu ziehen. Aus vergleichenden Untersuchungen von STAEDEL<sup>1</sup> über die Abhängigkeit der Wasserdampf- und Luftdurchlässigkeit von der Mahlung geht jedoch hervor, daß die Porosität des Papiers die Wasserdampfdurchlässigkeit nur wenig beeinflußt (Abb. 201). Dies ergibt sich auch aus dem Umstand, daß die Verdichtung des Papiergefüges beim Satinieren die Wasserdampfdurchlässigkeit nur in geringem Maße verändert und daß die für Luft praktisch undurchlässigen unlackierten Cellulosehydratfolien größenordnungsmäßig etwa dieselbe Wasserdampfdurchlässigkeit aufweisen wie poröse Papiere (vgl. Zahlentafel 34).

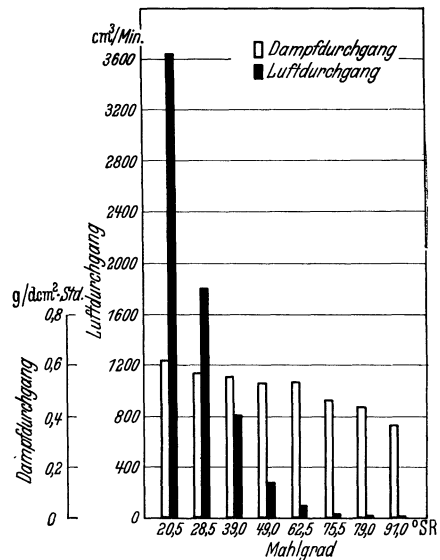


Abb. 201. Vergleich zwischen Luft- und Dampfdurchlässigkeit bei Papieren verschiedenen Mahlgrades (Prüffläche bei der Luftdurchlässigkeit: 10 cm<sup>2</sup>; Überdruck: 10 cm WS). (Nach STAEDEL.)

Von STAEDEL wurde des weiteren festgestellt, daß die Faserart des Papiers die Dampfdurchlässigkeit nur innerhalb enger Grenzen beeinflußt, wobei die Durchlässigkeit offenbar mit dem Sorptionsvermögen der verschiedenen Faserstoffe parallel geht (Zahlentafel 35).

Hiermit steht in Übereinstimmung, daß die Wasserdampfdurchlässigkeit durch Harzleimung und Füllstoffe ebensowenig beeinflußt wird, wie das Sorptions-

<sup>1</sup> STAEDEL, W.: Papierfabrikant 31 (1933) S. 535 u. 545.

Zahlentafel 34. Wasserdampfdurchlässigkeit einiger Papiere und Folien.  
(Nach STAEBEL.)

Prufmaterial	Quadratmetergewicht g/m <sup>2</sup>	Dampfdurchgang g/dm <sup>2</sup> /h
Zigarettenpapier . . . . .	15,5	0,58
Pergamentersatzpapier . . . . .	70	0,41
Pergaminpapier . . . . .	40	0,42
Pergamentpapier . . . . .	118	0,35
Kunstdruckpapier, gestrichen . . . . .	129	0,32
Gewachste Pergaminpapiere . . . . .	70	0,05 u. weniger
Nach verschiedenen Spezialverfahren wasser- dampfdicht gemachte Papiere . . . . .	—	0,10—0,0000
Cellulosefolie, normal . . . . .	60	0,56
Cellulosefolie, wetterfest . . . . .	60	0,004

vermögen. Aus dem gleichen Grunde tritt weder durch mechanische, noch durch chemische Pergamentierung eine wesentliche Verringerung der Wasserdampfdurchlässigkeit ein. Zu diesem Ziel führt nur eine Behandlung des Papiers mit Stoffen, die das Sorptionsvermögen hemmen oder völlig aufheben („Hydrophobierung“) wie z. B. die Tränkung mit Paraffin, Wachs, Kunstharz, Bitumen oder die Oberflächenpräparierung mit bestimmten Lacken (Nitrolacke, Kunstharze); die „wetterfesten“ Cellulosehydratfolien z. B. sind mit Nitrocellulose lackiert und daher praktisch wasserdampfdicht (vgl. Zahlentafel 34).

Zahlentafel 35.

Faserart	Wasserdampfdurchlässigkeit g/dm <sup>2</sup> h	Differenz im Feuchtigkeitsgehalt (%) bei 65% und 90% relativer Luftfeuchtigkeit
Hadern . . . . .	0,46	2,5
Holzschliff . . . . .	0,51	2,7
Natronzellstoff . . . . .	0,55	3,4

vermögen. Aus dem gleichen Grunde tritt weder durch mechanische, noch durch chemische Pergamentierung eine wesentliche Verringerung der Wasserdampfdurchlässigkeit ein. Zu diesem Ziel führt nur eine Behandlung des Papiers mit Stoffen, die das Sorptionsvermögen hemmen oder völlig aufheben („Hydrophobierung“) wie z. B. die Tränkung mit Paraffin, Wachs, Kunstharz, Bitumen oder die Oberflächenpräparierung mit bestimmten Lacken (Nitrolacke, Kunstharze); die „wetterfesten“ Cellulosehydratfolien z. B. sind mit Nitrocellulose lackiert und daher praktisch wasserdampfdicht (vgl. Zahlentafel 34).

### Meßgrößen und Einfluß der Versuchsbedingungen.

Die geeignetste Größe zur Kennzeichnung der Wasserdampfdurchlässigkeit ist die Diffusionskonstante  $k \left[ \frac{\text{cm}^2}{\text{s}} \right]$ . Sie ergibt sich aus dem für eine bestimmte Prüffläche ( $F$ ) und Versuchsdauer ( $t$ ) festgestellten Dampfdurchgang ( $W$ ) nach der Gleichung:

$$\frac{1}{k} = \frac{Ft(c_A - c_B)}{d \cdot W} - \frac{C}{d}. \quad (3)$$

Die Konstante  $C$  wird nach NARAYANAMURTI<sup>1</sup> aus der Wärmeübergangszahl und dem Wärmeleitvermögen der Luft ermittelt.

NARAYANAMURTI benutzte hierzu eine Kammer des von ihm beschriebenen Gerätes zur Bestimmung der Dampfdurchlässigkeit (s. S. 233), indem er in den Probeneinspannrahmen eine elektrisch beheizte Kupferplatte einsetzte, die nach außen gegen Wärmeverluste isoliert war. Der Ventilator wurde mit derselben Tourenzahl wie beim Dampfdurchlässigkeitsversuch in Gang gehalten. Die Wärmeübergangszahl  $\alpha$  errechnete sich nach eingetretenem Beharrungszustand aus der Lufttemperatur in der Kammer ( $T_L$ ), der Oberflächentemperatur der Platte ( $T_{Cu}$ ), der Oberfläche der Platte ( $F$ ) und ihrer stündlichen Wärmeleistung ( $Q$ ) nach der Formel:

$$\alpha = \frac{Q}{F(T_{Cu} - T_L)} \left[ \frac{\text{kcal}}{\text{m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C}} \right].$$

<sup>1</sup> NARAYANAMURTI, D.: Seite 226, Fußnote 2.

Die Konstante  $C$  ergab sich dann nach:

$$\frac{C}{2} = \frac{\lambda}{a}$$

$\lambda$  = Wärmeleitvermögen der Luft.

Nach einem Vorgang von LEHMANN-OLIVA<sup>1</sup> wird die Konstante  $C$  dadurch ermittelt, daß an verschieden dicken Proben des Versuchsmaterials der Dampfdurchgang bestimmt wird. Für die Berechnung dient die Gleichung:

$$C = \frac{F t (c_A - c_B)}{\frac{1}{d_2} - \frac{1}{d_1}} \left( \frac{1}{d_2 W_2} - \frac{1}{d_1 W_1} \right)$$

$W_1$  = Dampfdurchgang der Probe mit der Dicke  $d_1$ ,  
 $W_2$  = Dampfdurchgang der Probe mit der Dicke  $d_2$ .

Da die Bestimmung der Diffusionskonstanten umständlich ist, werden im allgemeinen relative, auf die Zeit- und Flächeneinheit bezogene Durchlässigkeitswerte ( $D$ )  $\left[ \frac{g}{dm^2 h} \right]$  angegeben, die jedoch nur dann vergleichbar sind, wenn bei der Prüfung gleiche Versuchsbedingungen eingehalten werden. Von Einfluß sind hauptsächlich<sup>2</sup>:

Die Größe und Konstanz des Luftfeuchtigkeitsgefälles,  
 die Konstanz des Feuchtigkeitsgefälles im Papier,  
 die Versuchstemperatur.

Wie schon oben erwähnt wurde, ist der Dampfdurchlaß in der Zeiteinheit um so größer, je höher das Luftfeuchtigkeitsgefälle ist, da hiervon das Feuchtigkeitsgefälle im Querschnitt

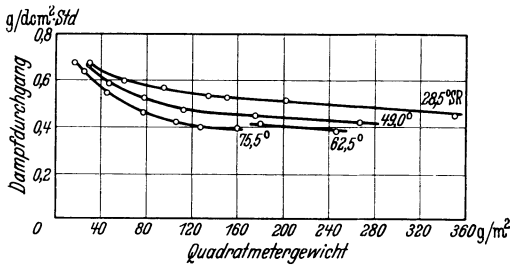


Abb. 202.

Abb. 202. Beziehung zwischen Quadratmetergewicht und Wasserdampfdurchlässigkeit. (Nach STAEDEL.)

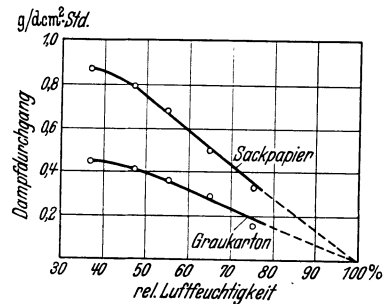


Abb. 203.

Abb. 203. Abhängigkeit der Wasserdampfdurchlässigkeit von der relativen Luftfeuchtigkeit im Absorptionsraum (Verdampfungsraum: 100% relative Luftfeuchtigkeit). (Nach STAEDEL.)

des Papierblattes abhängt (Abb. 203). Er steigt, worauf gleichfalls schon hingewiesen wurde, auch mit zunehmender mittlerer Luftfeuchtigkeit, d. h. die Durchlässigkeit ist bei gleichem Feuchtigkeitsgefälle im Gebiet höherer Luftfeuchtigkeit größer als bei niedriger Feuchtigkeit<sup>3</sup>. — Um Konstanz des Luftfeuchtigkeitsgefälles zu erreichen, muß auf der feuchten Seite für ausreichende Feuchtigkeitszufuhr, auf der trocknen Seite für ausreichende Entfernung des hindurchtretenden Wasserdampfs gesorgt werden.

Damit sich bei einem gegebenen Luftfeuchtigkeitsgefälle das höchstmögliche Feuchtigkeitsgefälle in der Probe einstellt und während der gesamten Dauer des Versuches aufrechterhalten bleibt, ist eine intensive Luftbewegung erforderlich, um eine Schichtung der Luftfeuchtigkeit zu verhüten, die eine Verkleinerung des Feuchtigkeitsgefälles in der Probe zur Folge haben würde (Abb. 204). In erheblichem Maße läßt sich die Schichtung der Luftfeuchtigkeit auch dadurch vermindern, daß man die Probe möglichst nahe an das die Feuchtigkeit abgebende oder aufnehmende Mittel heranbringt, wobei jedoch eine gegenseitige Berührung zu vermeiden ist. Da der Feuchtigkeitsausgleich zwischen dem Papier

<sup>1</sup> LEHMANN-OLIVA: Seite 226, Fußnote 2.

<sup>2</sup> STAEDEL, W.: Seite 226, Fußnote 3.

<sup>3</sup> NARAYANAMURTI, D. u. W. LEHMANN-OLIVA: Seite 226, Fußnote 2.



und der angrenzenden Luft auch bei intensiver Luftbewegung nicht augenblicklich erfolgt, sondern eine gewisse, von der Papierdicke und anderen Faktoren abhängige Zeit erfordert, stellt sich das dem Gleichgewichtszustand entsprechende maximal mögliche Feuchtigkeitsgefälle im Papierblatt erst nach einer gewissen *Anlaufzeit* ein. Mit der Messung ist daher nicht vor der Erreichung dieses Gleichgewichtszustandes zu beginnen.

In besonderem Maße ist der Wasserdampfdurchlaß von der *Temperatur*<sup>1</sup> abhängig. Wie aus Abb. 205 hervorgeht, verursachen nach STAEDEL schon Differenzen von  $0,2^\circ$  merkliche Unterschiede im Ergebnis. Da jedoch die Temperaturabhängigkeit innerhalb enger

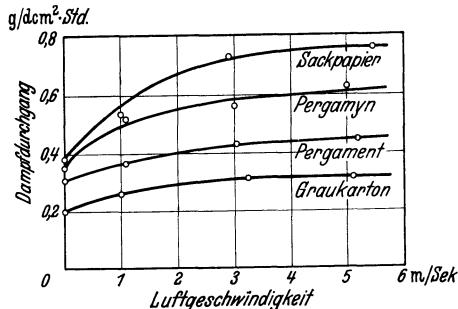


Abb. 204. Abhängigkeit des Dampfdurchgangs von der Windgeschwindigkeit. (Nach STAEDEL.)

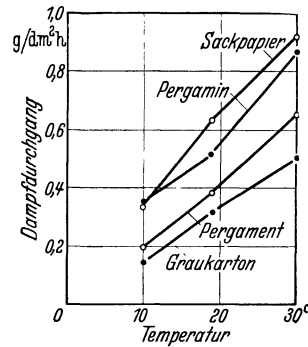


Abb. 205. Abhängigkeit der Wasserdampfdurchlässigkeit von der Versuchstemperatur. (Nach STAEDEL.)

Grenzen eine praktisch lineare ist, besteht eine einfache Umrechnungsmöglichkeit des Ergebnisses von der beobachteten mittleren Versuchstemperatur auf die Normaltemperatur von  $20^\circ$ .

### Prüfverfahren und Prüfgeräte.

Für die Bestimmung der Wasserdampfdurchlässigkeit ist eine Anzahl von Verfahren bekannt geworden, von denen die wesentlichsten auf Seite 231 zusammengestellt sind<sup>2</sup>.

Unter diesen Verfahren zeichnen sich die von STAEDEL und von BRABENDER bzw. die von NARAYAMAMURTI und von LEHMANN-OLIVA beschriebenen dadurch aus, daß sie bei allgemeiner Anwendbarkeit auf Grund ihrer apparativen Durchbildung exakte Ergebnisse gewährleisten. Insbesondere wird durch eine zweckmäßige Gestaltung der Meßzelle (flache Form mit geringem Luftraum zwischen Probe und Feuchtigkeit abgebendem bzw. aufnehmendem Mittel) in Verbindung mit lebhafter Luftbewegung im Raum außerhalb der Meßzelle bzw. im Verdunstungs- und im Absorptionsraum eine schädliche Schichtung der Luftfeuchtigkeit auch bei sehr durchlässigem Prüfmaterial verhindert. Bei der Normung der Wasserdampfdurchlässigkeitsprüfung nach DIN DVM 3413 wurden daher die von STAEDEL angewendeten Versuchsbedingungen festgelegt, während die Technical Association of the Pulp and Paper Industry bei der Tappi-Methode dem BRABENDERSchen Vorschlag folgte.

Steht bei der Durchführung von Normprüfungen ein klimatisierter Arbeitsraum zur Verfügung, so benötigt man nur einen einfachen Windkanal mit eingebautem Ventilator für die Einhaltung der vorgeschriebenen Windgeschwindigkeit. Andernfalls sind besondere, als Thermostaten ausgebildete, mit Trocknungs- bzw. Feuchtigkeitsvorrichtungen versehene Windkanäle erforderlich, bei denen die Luft zweckmäßig im Kreislauf geführt wird, wie dies z. B. beim STAEDELSchen Dampfdurchlässigkeitsprüfer der Fall ist.

<sup>1</sup> Über den Temperatureinfluß vgl. auch D. K. TREFFLER u. C. F. EVERS: Paper Trade J. Bd. 101 (1935) Nr. 10, S. 33. — BRABENDER, G. J.: Paper Trade J. Bd. 108 (1939) Nr. 4, S. 39 und H. BECK: Kunststoffe **31** (1941) S. 260. — KAESS, G.: Papierfabrikant-Wochenblatt für Papierfabrikation, 1943, Heft 6, S. 203—215.

<sup>2</sup> Vgl. auch W. STAEDEL: Papierfabrikant **31** (1933) S. 535 u. 545.

Meßprinzip	Versuchsbedingungen	Verfasser	Literaturhinweis
Bestimmung der Gewichtszunahme des Absorptionsmittels. Absorptionsmittel und Probe sind im Prüfgerät getrennt angeordnet	a) Feuchtigkeitsgefalle: rd. 100%; Absorptionsmittel: $\text{CaCl}_2$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ ; ohne künstliche Luftbewegung	W. KREMPER, L. BERG, W. EULER  W. HOLWECH	Diplomarbeiten der Technischen Hochschule Darmstadt (1924—1932) <sup>1</sup> Papir-J. <b>20</b> (1932) S. 233
	b) Feuchtigkeitsgefalle: rd. 100%; Absorptionsmittel: $\text{CaCl}_2$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ ; mit künstlicher Luftbewegung im Absorptionsraum	C. MARTINI, K. JAEGER	Diplomarbeiten der Technischen Hochschule Darmstadt (1931, 1932) <sup>2</sup>
	c) Feuchtigkeitsgefalle durch Salzlosungen zwischen 84% und 20% variiert <sup>1</sup> ; im Absorptionsraum: 100% relative Luftfeuchtigkeit; künstliche Luftbewegung im Verdunstungs- und Absorptionsraum	D. NARAYANAMURTI	Z. VDI, Beiheft Verfahrenstechnik 1936, Nr. 2, S. 13
Bestimmung des Gewichtsverlustes der Feuchtigkeit abgebenden Mittels. Dieses ist im Prüfgerät getrennt von der Probe angeordnet	Feuchtigkeitsgefalle durch Wahl der Feuchtigkeit abgebenden Mittels (Salzlosungen verschiedenen Dampfdrucks) beliebig einstellbar; künstliche Luftbewegung im Verdunstungs- und Absorptionsraum	LEHMANN-OLIVA	Z. VDI, Beiheft Verfahrenstechnik 1940, Nr. 1, S. 25
Bestimmung der Gewichtszunahme der mit der Probe gespannten Meßzelle, die das Absorptionsmittel enthält	a) Feuchtigkeitsgefalle: rd. 100%; Absorptionsmittel: $\text{CaCl}_2$ , $\text{P}_2\text{O}_5$ , Silicagel, Blaugel; ohne künstliche Luftbewegung	EDWARDS u. PICKERING  SCHUTZ u. SCHROTER	Chem. metall. Engng. 1920, S. 17 u. 71  Chem.-Z. <b>65</b> (1941) S. 475
	b) Feuchtigkeitsgefalle: rd. 75%; Absorptionsmittel: entwässertes $\text{MgClO}_4$ ; künstliche Luftbewegung im Verdunstungsraum (relative Luftfeuchtigkeit 65%)	„Tappi-Trockenmittelmethode“ (vorgeschlagen von G. J. BRABENDER)	Paper Trade J. Bd. 110 (1940) Nr. 18, S. 27
Bestimmung des Gewichtsverlustes der mit der Probe gespannten Meßzelle, die Wasser oder Salzlosungen hoher Dampftension als Feuchtigkeit abgebende Mittel enthält. 4 c. Meßzelle wird von 2 aufeinander geklebten Scheiben des Prüfmaterials gebildet, zwischen denen sich angefeuchtetes Filtrierpapier befindet	a) Feuchtigkeitsgefalle: rd. 95%; ohne künstliche Luftbewegung	Vom Reichsamt für Wirtschaftsausbau für die Betriebskontrolle empfohlenes Verfahren	Noch unveröffentlicht
	b) Feuchtigkeitsgefalle durch Wahl geeigneter Salzlosungen als Absorptionsmittel beliebig einstellbar; relative Luftfeuchtigkeit im Verdunstungsraum: rd. 100%, im Absorptionsraum bei DIN DVM 3413 und bei „Tappi“: 65%; künstliche Luftbewegung im Absorptionsraum	A. R. HARVEY  ABRAMS u. CHILSON  W. STAEDEL Deutsche Normmethode DIN DVM 3413  „Tappi-Wassermethode“ (BRABENDER)	Techn. association Papers, New York 1924, Ser. VII, Nr. 1, S. 84 u. Paper Trade J. Bd. 78 (1924) Nr. 2, S. 50  Paper Trade J. Bd. 91 (1930) Nr. 18, S. 175 Papierfabrikant <b>31</b> (1933) S. 535 u. 545  Paper Trade J. Bd. 110 (1940) Nr. 18, S. 27
	c) Feuchtigkeitsgefalle: rd. 40% bzw. 30%, Temperatur: 20° und — 15°; sonst wie 4 b	N. WOŁODKEWITSCH (Reichsinstitut für Lebensmittel frischhaltung in Karlsruhe)	G. KAESS: Verpackung <b>15</b> (1940) S. 323
Bestimmung der Geschwindigkeit beim Ausgleich der Feuchtigkeit zweier Kammern, die durch die Probe getrennt sind und in denen zu Beginn des Versuches die Luftfeuchtigkeit auf verschiedene Höhe eingestellt ist	Feuchtigkeitsgefalle: 80%	L. BERG	Diplomarbeit an der Technischen Hochschule Darmstadt (1926) <sup>2</sup>

<sup>1</sup> NARAYANAMURTI verwendet folgende Salze, die in konzentrierter Lösung mit viel Bodenkörper anzuwenden sind:

Kaliumbromid . . . . .	84%	relative Luftfeuchtigkeit
Natriumnitrit . . . . .	60%	„ „
Kaliumkarbonat . . . . .	44%	„ „
Kaliumacetat . . . . .	20%	„ „

<sup>2</sup> Vgl. W. STAEDEL: Papierfabrikant **31** (1933) S. 535 u. 545.

Bei Papieren oder Folien geringer Dampfdurchlässigkeit ist das für eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse nachteilige Zustandekommen von Luftfeuchtigkeitsschichten weniger zu befürchten als bei Stoffen hoher Durchlässigkeit. Für die Betriebskontrolle derartiger Materialien wurden daher Versuchsanordnungen vorgeschlagen, bei denen auf künstliche Luftbewegung verzichtet wird. Hierzu gehört das Verfahren von SCHÜTZ und SCHRÖTER, sowie eine vom Reichsamt für Wirtschaftsausbau empfohlene Versuchsanordnung<sup>1</sup>.

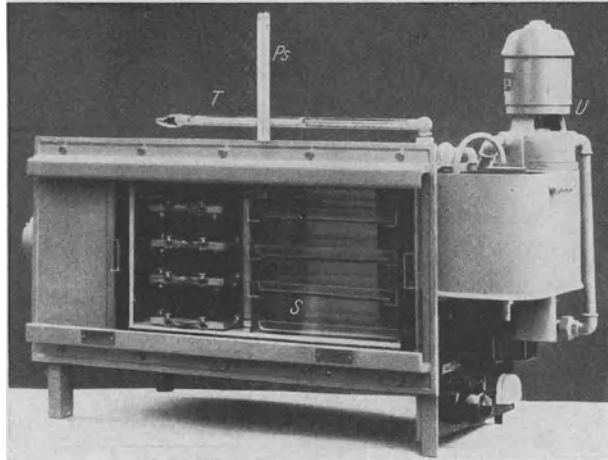


Abb. 206. Wasserdampfdurchlässigkeitsprüfer nach STAEDEL.

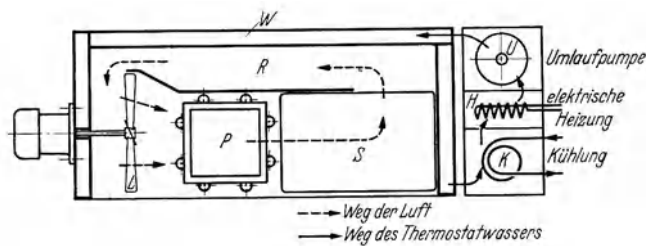


Abb. 207. Wasserdampfdurchlässigkeitsprüfer nach STAEDEL (schematisch). *L* Lüfter für Luftumwälzung; *P* Prüfblatt auf der mit Wasser gefüllten Einspannschale; *W* Wassermantel zur Gleichhaltung der Temperatur; *S* Glasschale mit angefeuchtetem Salz zur Luftfeuchtigkeitseinstellung; *R* Rücklaufkanal für die Luft; *K* Kühlung des Thermostatwassers; *T* Quecksilberkontaktthermometer zur selbsttätigen Temperaturgleichhaltung; *U* Umlaufpumpe für das Thermostatwasser; *H* Heizung des Thermostatwassers; *Ps* Psychrometer zur Luftfeuchtigkeitskontrolle.

**1. Wasserdampfdurchlässigkeitsprüfer nach STAEDEL<sup>2</sup>** (Abb. 206 u. 207). Die 200 cm<sup>3</sup> große Probe wird auf eine aus Elektronuguß bestehende flache Schale (*P*) gespannt, in der ein mit Wasser stark angefeuchteter Filz liegt. Unter dem Papier sättigt sich die Luft schnell mit Wasserdampf bis zu 100% relativer Feuchtigkeit. Die Schalen werden dann übereinander in das Gerät gebracht, dessen Ventilator (*L*) die Luft mit 3 m/s Geschwindigkeit über das Papier bläst. Danach streicht die Luft über vier große Schalen (*S*) mit angefeuchtetem Ammoniumnitrat, wodurch sich ihre relative Feuchtigkeit auf 65 bis 66% einstellt, und wird in einem hinter den Schalen angeordneten Rücklaufkanal (*R*) wieder zum Lüfter geführt. Darauf beginnt der Kreislauf von neuem. Die Temperatur wird durch einen das ganze Gerät umgebenden Wassermantel (*W*), dessen Wasser

<sup>1</sup> Noch unveröffentlicht.

<sup>2</sup> STAEDEL, W.: Siehe Seite 226, Fußnote 3.

mit einer Umlaufpumpe (*U*) ständig durch einen selbsttätig regelnden Kühl- und Heizbehälter (*K*) und (*H*) umgepumpt wird, auf 20° konstant gehalten. Die Steuerung der Temperaturregelung geschieht durch ein Kontaktthermometer (*T*), die Feuchtigkeit wird mit einem Psychrometer (*Ps*) überprüft.

## 2. Versuchsanordnungen nach NARAYANAMURTI und LEHMANN-OLIVA.

Das von NARAYANAMURTI<sup>1</sup> benutzte Gerät besteht aus zwei luftdichten Kammern, die durch seitliche Flanschen verbunden werden können. Die Flanschen dienen gleichzeitig als Einspannrahmen für die Probe, die die Lufträume beider Kammern voneinander trennt. In jeder Kammer befindet sich ein Gestell mit flachen Schalen für die Salzlösungen und beiderseits der Probe je ein Ventilatorflügel. Die Gestelle können mit Haken, deren Bolzen durch die oberen Kammerwandungen geführt sind, an einem Waagebalken angehängt werden, so daß sowohl der Gewichtsverlust der Salzlösung mit dem höheren, als auch die Gewichtszunahme der Lösung mit dem niedrigeren Dampfdruck gemessen werden kann. Für die Bestimmung der Luftfeuchtigkeit sind in jeder Kammer zwei Thermolemente aus Manganinkonstantan angeordnet, von denen je eines als Feuchtthermometer mit nassem Filtrierpapier umhüllt ist.

Das gleiche Prinzip liegt der von LEHMANN-OLIVA<sup>2</sup> beschriebenen Einrichtung zugrunde. Sie besteht aus einem äußeren doppelwandigen und aus einem inneren Kasten, zwischen die die Probe eingespannt wird. Jede der beiden Kammern ist mit einem Ventilator versehen. Eine Kapselpumpe drückt die Luft der äußeren Kammer zur Einstellung der gewünschten Feuchtigkeit im Kreislauf durch ein Wasser-Schwefelsäuregemisch und über eine Kühl- und Heizvorrichtung zur Konstanthaltung der Temperatur, so dass der äußere Kasten gleichzeitig als Thermostat für den inneren dient. Der innere Kasten nimmt die Schalen mit der Salzlösung auf. Zur Kontrolle der Luftfeuchtigkeit ist in jeder Kammer ein Psychrometerthermometerpaar eingebaut, das von außen abgelesen werden kann. Das Feuchtigkeitsgefälle wird so gewählt, daß der Wasserdampf aus dem inneren Kasten durch die Probe in den äußeren diffundiert. Zur Bestimmung des Gewichtsverlustes werden die Schalen mit der Salzlösung bei abgestellter Luftbewegung aus dem inneren Kasten herausgenommen und nach dampfdichtem Abdecken gewogen.

3. Verfahren des Reichsinstitutes für Lebensmittelfrischhaltung<sup>3</sup>. Um gleichzeitig eine möglichst große Anzahl von Proben bei großer Meßgenauigkeit auch unter Anwendung tiefer Temperaturen (Verpackungsmaterial für Gefrierdauerdwaren) prüfen zu können, hat WOLODKIEWITSCH folgendes Verfahren entwickelt: Zwischen zwei kreisförmige Scheiben des Prüfmaterials (40 mm Dmr.) wird angefeuchtetes Filtrierpapier in etwa gleicher Größe gebracht<sup>4</sup>. Die

<sup>1</sup> NARAYANAMURTI, D.: Siehe Seite 226, Fußnote 2.

<sup>2</sup> LEHMANN-OLIVA: Siehe Seite 226, Fußnote 2.

<sup>3</sup> KAESS, G.: Verpackung **15** (1940) S. 323.

<sup>4</sup> Bei dieser Anordnung bilden sich an den Berührungsstellen mit dem feuchten Filtrierpapier Flüssigkeitstropfen. Ein derartiges Beschlagen tritt häufig auch dann ein, wenn Probe und Feuchtigkeitsträger (Filtrierpapier, Filz) sich nicht berühren. Es handelt sich hierbei um Kondenswasserbildung infolge Taupunktunterschreitung, sei es, daß die Versuchstemperatur nicht genau genug eingehalten, oder daß bei hoher Dampfdurchlässigkeit die Oberfläche der Probe infolge Wärmeentzug durch Verdunstung zu stark abgekühlt wird. — Die Frage, ob sich beim Betauen der Dampfdurchgang erhöht, ist noch nicht geklärt. Eine Zunahme müßte stattfinden, wenn das Material bei Berührung mit Wasser stärker quillt als im feuchtigkeitsgesättigten Dampfraum [„SCHROEDERSCHES PARADOXON“ (vgl. H. FREUNDLICH: Kapillarchemie, IV. Aufl., S. 567. Leipzig 1932)]. Unabhängig davon, ob dies zutrifft, wäre es denkbar, daß sich bei porösem Material infolge kapillarer Saugwirkung die Menge der hindurchgehenden Feuchtigkeit über den Betrag erhöht, der sich bei reiner Diffusion ergäbe. Der Dampfdurchgang von wenig durchlässigem und nicht porösem Material scheint jedoch von der Tropfenbildung kaum beeinflußt zu werden [vgl. E. JENCKEL u. F. WOLTMANN: Kunststoffe **28** (1938) S. 235].

beiden äußeren Scheiben werden durch ein geeignetes Klebemittel, das mit einer mechanischen Vorrichtung gleichmäßig aufgetragen und angepreßt wird, dicht verbunden. Darauf werden die an Rähmchen befestigten Probekörper bei einem Luftstrom von 2 m/s einer relativen Luftfeuchtigkeit von 60% und einer Temperatur von  $+20^\circ$  bzw. einer relativen Luftfeuchtigkeit von 70% und einer Temperatur von  $-15^\circ$  ausgesetzt. Die Wägung der Probekörper vor und nach dem Versuche erfolgt auf einer Torsionswaage.

**4. Verfahren von SCHÜTZ und SCHRÖTER<sup>1</sup>.** Benutzt wird eine Metalldose, deren Innenraum fast ganz von einem flachen Wägegias ausgefüllt wird. In dem Wägegias befindet sich bis zur Schliffzone ein hochwirksames Trockenmittel, z. B. Silicagel oder Blaugel. Die Dose wird durch die zu prüfende Membran unter Verwendung von zwei Gummiringen und einem Metallring sowie einer Überwurfverschraubung verschlossen. Eine größere Anzahl der so vorbereiteten Gefäße wird in einem mit einer Glasplatte dicht abschließbaren Tontrog eingesetzt, in dessen unterem Teil sich Wasser befindet. Zur Aufnahme der Dosen dient ein über der Wasseroberfläche angeordnetes Drahtnetz. Die Raumtemperatur soll annähernd  $20^\circ$  betragen. Die Wasserdampfdurchlässigkeit bei einem Luftfeuchtigkeitsgefälle von 100% ergibt sich aus der Gewichtszunahme der Wägegias, die unter Verschluss vor Beginn des Versuches und nach 24stündiger Versuchsdauer auf einer analytischen Waage gewogen werden.

#### Genormte Verfahren.

**1. Verfahren nach DIN DVM 3413<sup>2</sup>.** *Begriff:* Nach DIN DVM 3413 wird unter Wasserdampfdurchlässigkeit die Wasserdampfmenge in  $g$  verstanden, die bei bestimmtem Luftfeuchtigkeitsgefälle und bestimmter Temperatur in 1 h durch eine Probe von 1 dm<sup>2</sup> Fläche hindurchgeht.

*Versuchseinrichtung.* Der *Verdampfungsraum* soll aus einem flachen Gefäß (Schale o. dgl.) bestehen, auf das die Probe dicht aufgespannt werden kann. Das Gefäß muß soviel Wasser enthalten, daß die eingeschlossene Luft auch bei großer Durchlässigkeit der Probe während des Versuches mit Wasserdampf gesättigt bleibt.

Es hat sich als zweckmäßig erwiesen, das Gefäß mit wassergetränktem Filz so hoch als möglich auszufüllen, wobei aber der nasse Filz die Probe nicht berühren darf.

Im *Absorptionsraum*, der das mit der Probe bespannte Verdampfungsgefäß aufnimmt, müssen der einzustellende Feuchtigkeitsgehalt der Luft und die Temperatur während des Versuches gleichbleiben. Steht ein klimatisierter Raum zur Verfügung, so kann dieser als Absorptionsraum benutzt werden. Der Absorptionsraum muß einen Lüfter zur Erzeugung eines Luftstromes von bestimmter gleichbleibender Geschwindigkeit enthalten, ferner Geräte zur Überwachung der Luftfeuchtigkeit und der Temperatur.

Die *Waage* zum Wägen des Verdampfungsgefäßes muß 0,001 g Empfindlichkeit haben. Gewogen werden muß bei der Luftfeuchtigkeit des Absorptionsraumes.

Die *Prüffläche* soll 1 bis 2 dm<sup>2</sup> groß sein.

Erfordert der Verwendungszweck der Probe keine anderen Versuchsbedingungen, so soll das *Luftfeuchtigkeitsgefälle* 35% bei 100% relativer Luftfeuchtigkeit im Verdampfungsraum betragen<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> SCHÜTZ u. SCHRÖTER: Chem.-Ztg. **65** (1941) S. 475.

<sup>2</sup> Wiedergegeben mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses. Maßgebend ist die jeweils neueste Ausgabe des Normblattes im Normformat A 4, das beim Beuth-Vertrieb, GmbH., Berlin SW 68, erhältlich ist.

<sup>3</sup> Die Wahl eines höheren Luftfeuchtigkeitsgefälles ist insbesondere bei der Prüfung sehr dichter Materialien geboten.

Die *Versuchstemperatur* muß mit  $20 \pm 1^\circ$  eingehalten werden<sup>1</sup>.

Der *Luftstrom* im Absorptionsraum soll 3 m/s Geschwindigkeit haben.

*Versuchsausführung.* Das Verdampfungsgefäß mit der aufgespannten Probe soll vor der ersten Wägung so lange unter den obengenannten Bedingungen im Absorptionsraum bleiben, bis Gleichgewichtszustand zwischen dem Wassergehalt der Probe und der Luftfeuchtigkeit auf der Innen- und Außenseite eingetreten ist. Hierzu sind erforderlich bei einem Quadratmetergewicht der Proben

bis 50 g/m <sup>2</sup> . . . . .	mindestens 1/2 h
über 50 g/m <sup>2</sup> bis 100 g/m <sup>2</sup> . . .	mindestens 1 h
über 100 g/m <sup>2</sup> bis 200 g/m <sup>2</sup> . . .	mindestens 1 1/2 h
über 200 g/m <sup>2</sup> . . . . .	mindestens 2 h

Die *Versuchsdauer* zwischen der ersten und letzten Wägung soll betragen bei Proben mit einer Wasserdampfdurchlässigkeit

bis 0,1 g/dm <sup>2</sup> · h . . . . .	mindestens 4 h
über 0,1 g/dm <sup>2</sup> · h . . . . .	mindestens 2 h

Während des Versuches ist die Temperatur zu beobachten, um die mittlere Versuchstemperatur auf  $0,1^\circ$  genau ermitteln zu können.

Die Wasserdampfdurchlässigkeit ( $D$ ) wird dann nach folgender Formel errechnet:

$$D = \frac{(g_1 - g_2) \cdot 100 \cdot 20}{F \cdot h \cdot t} \left[ \frac{\text{g}}{\text{dm}^2 \cdot \text{h}} \right].$$

Hierin bedeuten:

$g_1$  = Gewicht in g des mit der Probe bespannten Verdampfungsgefäßes bei der ersten Wägung,

$g_2$  = Gewicht in g des mit der Probe bespannten Verdampfungsgefäßes bei der letzten Wägung,

$F$  = Einspannfläche in cm<sup>2</sup>,

$h$  = Versuchsdauer in h zwischen erster und letzter Wägung,

$t$  = mittlere Versuchstemperatur auf  $\pm 0,1^\circ$  genau.

*Zahl der Versuche.* Zu prüfen sind mindestens 2 Proben von der einen Seite und 2 Proben von der anderen Seite.

*Ergebnis.* Anzugeben sind der aus den Einzelversuchen gebildete Mittelwert  $D$  in  $\frac{\text{g}}{\text{dm}^2 \cdot \text{h}}$  gerundet auf 3 Stellen nach dem Komma, Zahl der Einzelversuche, Luftfeuchtigkeitsgefälle, Bezugstemperatur, auf die das Ergebnis umgerechnet ist, Windgeschwindigkeit.

**2. Methode der Technical Association of the Pulp and Paper Industry** (Tappi Tentative Standard T 448 m — 40)<sup>2</sup>. Es sind zwei Ausführungsarten vorgesehen, die „*Trockenmittelmethode*“ und die „*Wassermethode*“. Die erstere arbeitet mit einem Luftfeuchtigkeitsgefälle von 65%. In die durch die Probe abzuschließende Schale (als Abdichtung dient eine Mischung von gleichen Teilen Bienenwachs und Kolophonium) wird entwässertes Magnesiumperchlorat in solcher Menge gegeben, daß die Probe nach Umdrehen des Gefäßes von einer 15 mm dicken Schicht bedeckt wird. In dieser Lage wird das Gefäß einer relativen Luftfeuchtigkeit von  $65 \pm 2\%$  und einer Temperatur von  $21 \pm 0,5^\circ$  ausgesetzt. Die Luftgeschwindigkeit soll mindestens 500 Fuß/min betragen. Bei der „*Wassermethode*“ sind Schalen von mindestens 60 mm innerem Durchmesser zu verwenden. Der Zwischenraum zwischen der Wasseroberfläche und der Probe ist mit 25 mm genau einzuhalten<sup>3</sup>. Im übrigen gelten die für die „*Trockenmittelmethode*“ vorgeschriebenen Bedingungen, doch sind die Schalen beim

<sup>1</sup> In bestimmten Fällen, wie bei der Prüfung von Gefrierpackungen kann die Anwendung tiefer Versuchstemperaturen ( $-10$  bis  $-15^\circ$ ) erforderlich sein.

<sup>2</sup> BRABENDER, G. J.: Paper Trade J. Bd. 110 (1940) Nr. 18, S. 27.

<sup>3</sup> Konventionell festgelegt, um der Luftfeuchtigkeitsschichtung Rechnung zu tragen. Nach A. ABRAMS u. G. J. BRABENDER [Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 15, S. 32] ist die Wasserdampfdurchlässigkeit dem Abstand zwischen Wasseroberfläche und Prüfblatt umgekehrt proportional; vgl. auch STAEDEL (Seite 226, Fußnote 3).

Versuch nicht umzukehren. Um die Gewichtsunterschiede zu berücksichtigen, die beim Wägen infolge veränderten Auftriebes bei Luftdruckschwankungen während der Prüfung auftreten können, ist als Tara eine geschlossene Schale zu verwenden, die das gleiche Volumen besitzt, aber um etwa 10 g leichter ist.

### X. Luftdurchlässigkeit.

**Allgemeines.** Für den Gebrauchswert bestimmter Papiersorten spielt die Luftdurchlässigkeit eine wesentliche Rolle. So wird z. B. von Papieren, die zum Umhüllen gewisser Nahrungs- und Genußmittel (Kakao, Tee usw.), insbesondere auch von Gefrierkonserven<sup>1</sup> dienen, eine geringe, von Sackpapieren und vor allem von Staub- und Gasmaskenfiltern eine hohe Luftdurchlässigkeit verlangt.

Um eine Vorstellung zu geben, in welchem Durchlässigkeitsbereich sich die verschiedenen Papiersorten bewegen, sind in der Zahlentafel 36 einige Werte zusammengestellt.

Zahlentafel 36. Luftdurchlässigkeit verschiedener Papiersorten<sup>2</sup>.

Art der Papiere	Quadratmeter-gewicht g	Dicke mm	Luftmenge in cm <sup>3</sup>
Filterpapier . . . . .	—	0,21	10800
Löschpapier . . . . .	127	0,29	6430
Rotationsdruckpapier . . . . .	53	0,09	290
Seidenpapier . . . . .	12	0,02	130
Normal 3 . . . . .	92	0,09	30
Normal 4 b . . . . .	92	0,09	60
Pergaminpapier . . . . .	60	0,05	10
Pergamentersatzpapier (sehr fett dicht) . . . . .	80	0,09	10
Pergamentersatzpapier (schwach fett dicht) . . . . .	56	0,07	10
Pergamentpapier . . . . .	79	0,10	10
Pergamentpapier . . . . .	160	0,16	10

Bei 77 im Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem geprüften Sackpapieren<sup>3</sup> wurden Werte von 9 bis 758 cm<sup>3</sup>/min gefunden mit einem Mittelwert von etwa 160 cm<sup>3</sup>/min.

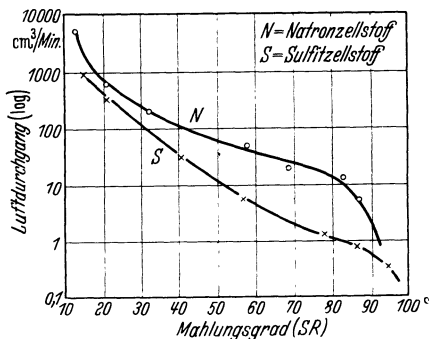


Abb. 208. Abhängigkeit der Luftdurchlässigkeit vom Mahlgrad.

Da die Luftdurchlässigkeit ein unmittelbarer Ausdruck der Porosität des Gefüges ist, die Porosität aber in starkem Maße von der Mahlung<sup>4</sup> abhängt (vgl. Abb. 208 und 209), läßt die Luftdurchlässigkeit unter sonst vergleichbaren Umständen<sup>5</sup> auch eine angenäherte Beurteilung des Mahlzustandes zu.

#### 1. Die physikalischen Grundlagen der Luftdurchlässigkeit von Papier<sup>6</sup>.

Die Luftdurchlässigkeit von Papier (ausgenommen sehr dichte, sowie dünne,

<sup>1</sup> Luftsauerstoff kann beim Zusammenwirken mit Oxydationsfermenten erhebliche Verschlechterungen im Geschmack und Aroma sowie Verfärbungen und Verluste an Vitamin C des Gefriergutes hervorrufen (G. KAESS: Papierfabrikant-Wochenbl. f. Papierfabrikation, 6. Heft, September 1943, S. 203—215).

<sup>2</sup> Minutliches Luftvolumen für eine Prüffläche von 10 cm<sup>2</sup> und eine Druckdifferenz von 10 g/cm<sup>2</sup>.

<sup>3</sup> SCHULZE: Papierfabrikant 26 (1928) S. 198.

<sup>4</sup> POSSANNER VON EHRENTAL: Papierfabrikant 27 (1929) Nr. 41, S. 645.

<sup>5</sup> Bei gleicher Faser- und Mahlungsart, sowie bei gleichem Gehalt an Füllstoffen, Leim- und Imprägniermitteln usw.

<sup>6</sup> Ausführliche Darstellungen wurden gegeben von F. T. CARSON [Paper Trade J. Bd. 99 (1934) Nr. 11, S. 25—34] und E. MANEGOLD [Kolloid-Z. 81 (1937) Nr. 2, S. 164—179 u. Nr. 3, S. 269—294], sowie E. MANEGOLD u. K. SOLF [Papierfabrikant 35 (1937) S. 321, 329]. Eine Zusammenstellung des älteren Schrifttums findet sich bei CARSON (s. oben).

löcherige Papiere) folgt mit gewissen Einschränkungen, die sich aus der verhältnismäßig leichten Deformierbarkeit des Papiergefüges ergeben, dem durch die nachstehende Gleichung ausgedrückten HAGEN-POISEUILLESchen Gesetz für stationäre, laminare Gasströmung (Schichtenströmung) durch Kapillarsysteme:

$$V = K \frac{F t (p_e - p_a) (p_e + p_a)}{2 \eta d p}$$

$$\begin{aligned} V &= \text{Gasvolumen [cm}^3\text{]}, \\ F &= \text{Prüffläche [cm}^2\text{]}, \\ t &= \text{Versuchsdauer [s]}, \\ \eta &= \text{Viskositätskoeffizient [g/cm/s]}, \\ d &= \text{Dicke des Kapillarsystems [cm]}, \\ p_e &= \text{Gasdruck auf der Eintrittseite [g/cm}^2\text{]}, \\ p_a &= \text{Gasdruck auf der Austrittseite [g/cm}^2\text{]}, \\ p_e - p_a (= p_\Delta) &= \text{wirksame Druckdifferenz [g/cm}^2\text{]}, \\ \frac{p_e + p_a}{2} &= \text{mittlerer Gasdruck im Innern des Kapillarsystems [g/cm}^2\text{]}, \\ p &= \text{Druck im Volumenmeßraum [g/cm}^2\text{]}. \end{aligned}$$

Das hindurchtretende Gasvolumen ist demnach im idealen Falle *direkt proportional*:

der Größe der Prüffläche,  
der wirksamen Druckdifferenz,  
der Versuchsdauer

und *umgekehrt proportional*:

der Dicke,  
dem absoluten Druck im Volumenmeßraum,  
der Viskosität des Gases.

Der Kompressibilität der Gase wird durch Berücksichtigung des mittleren Gasdruckes  $\left(\frac{p_e + p_a}{2}\right)$  Rechnung getragen. Der Einfluß der Struktur des Kapillarsystems kommt in dem Wert  $K$  zum Ausdruck.

Für ein Bündel kreisrunder Kapillaren mit dem Radius  $r$  ist  $K$  beispielsweise gegeben durch:

$$K = \frac{r^4 \pi N}{8},$$

wenn  $N$  die Anzahl Kapillaren je 1 cm<sup>2</sup> Oberfläche des Systems bedeutet. Da in diesem Ausdruck das experimentell bestimmbare Hohlraumvolumen  $W (= r^2 \pi N)$  enthalten ist, besteht auf dem Wege der Gasdurchlässigkeitsbestimmung die Möglichkeit zur Ermittlung des mittleren Porenradius ( $r$ )<sup>1</sup>.

Die Anwendbarkeit des HAGEN-POISEUILLESchen Gesetzes auf Papierstrukturen ist an die Voraussetzungen gebunden, daß der Querschnitt der überwiegenden Anzahl der Poren bestimmte Grenzwerte weder unter- noch überschreitet, der mittlere Gasdruck nicht zu niedrig und das Gefüge nicht von der Beschaffenheit eines netzartigen Lochsystems ist, da sonst die Bedingungen für rein laminare Strömung nicht mehr gegeben sind, und der Gasdurchtritt von den andersartigen Gesetzen für Diffusion, bzw. molekulare Strömung, bzw. isotherme Effusion mitbestimmt wird.

Wie die Erfahrung gezeigt hat, sind diese Voraussetzungen bei der Mehrzahl der Papiere erfüllt. Abweichend verhalten sich extrem dichte Papiere (Pergamin, Echtpergament usw.), bei denen wegen ihres geringen mittleren Porenquerschnittes vermutlich Diffusionsvorgänge beteiligt sind, und dünne, löchrige Papiere, an deren Gasdurchlässigkeit die Merkmale der isothermen Effusion beobachtet werden können (Unabhängigkeit des Gasvolumens von der Dicke, Proportionalität zwischen  $\sqrt{p_\Delta}$  und  $V$  statt zwischen  $p_\Delta$  und  $V$ ).

Für die strenge Gültigkeit des HAGEN-POISEUILLESchen Gesetzes ist ferner vorauszusetzen, daß während der Prüfung keine Änderung der Kapillarstruktur

<sup>1</sup> MANEGOLD u. SOLF: Siehe S. 236, Fußnote 6.



des Papiers eintritt. Diese Bedingung ist jedoch wegen des im allgemeinen geringen Formänderungswiderstandes des Papiergefüges bei mechanischer Beanspruchung praktisch nur unvollkommen zu verwirklichen. Durch die Einwirkung des Gasdruckes erfährt die Probe eine Verdichtung oder infolge Flächen-  
dehnung eine Auflockerung des Gefüges und damit eine Verringerung oder Erhöhung der Durchlässigkeit, wobei Richtung und Grad der Änderung in unübersichtlicher Weise von der mechanischen Widerstandsfähigkeit des Papiers und seiner strukturellen Eigenart (Faserart, Mahlgrad, Pressung), insbesondere aber von der Art der Einspannung abhängen. Diese Einflüsse äußern sich meist in nur sehr geringfügigen, in manchen Fällen aber in beträchtlichen Abweichungen der Beziehungen zwischen Druck, Prüffläche und Versuchsdauer einerseits und dem hindurchtretenden Gasvolumen andererseits von der theoretisch geforderten direkten Proportionalität. In den nachstehenden Gleichungen:

$$v = k_p \cdot (p_e - p_a), \quad v = k_F \cdot F \quad v = k_t \cdot t$$

sind demnach die Koeffizienten  $k_p$ ,  $k_F$  und  $k_t$  nicht konstant, sondern in komplizierter Weise von einer Anzahl beeinflussender Faktoren abhängig, wie weiter unten im einzelnen gezeigt wird.

Aus diesen Gründen wurde bei der Normung der Luftdurchlässigkeitsprüfung von Papier nach DIN DVM 3413 (s. S. 244) darauf verzichtet, das Ergebnis in Form eines spezifischen, von Druckdifferenz, Prüffläche und Versuchsdauer unabhängigen Wertes auszudrücken.

## 2. Einfluß der Versuchsbedingungen.

**a) Abhängigkeit von der Druckdifferenz.** Die Probe wird durch den wirksamen Überdruck  $p_A (= p_e - p_a)$  zusammengedrückt, d. h. verdichtet, oder infolge Beanspruchung auf Berstwiderstand gedehnt. Durch die Verdichtung wird eine Tendenz zur Verminderung der Luftdurchlässigkeit hervorgerufen, während die Flächendehnung wegen der Vergrößerung des mittleren Kapillarquerschnittes eine Erhöhung der Durchlässigkeit herbeizuführen bestrebt ist. Bei steigender Druckdifferenz ist deshalb je nach dem Formänderungswiderstand, den das Papier einer Druck- und Berstbeanspruchung entgegensetzt, sowohl eine Zunahme als auch eine Abnahme des Koeffizienten  $k_p$  möglich. Eine Zunahme wird zu beobachten sein, wenn das Papier wenig zusammendrückbar ist und während des Versuchs infolge hoher spezifischer Berstbeanspruchung stark gedehnt wird (z. B. dünneres Pergaminpapier). Hingegen wird der Koeffizient  $k_p$  eine Tendenz zur Abnahme zeigen, wenn das Material sehr druckempfindlich ist, der Berstbeanspruchung aber einen relativ hohen Widerstand entgegensetzt (z. B. dickes Filterpapier). Durch Verwendung einer porösen Unterlage als Stütze des eingespannten Materials kann zwar die Auswölbung und damit die Flächendehnung verhindert werden, der verdichtenden Wirkung des Überdruckes ist jedoch nicht zu begegnen. — In welchem Ausmaß die Gasdurchlässigkeit bei extrem hohen Drucken ansteigt, lassen die in der Zahlentafel 37 zusammengestellten Versuchsergebnisse erkennen, ebenso aber, daß im Bereich niedriger Drucke die Druckabhängigkeit des Koeffizienten  $k_p$  sehr gering ist. So kann damit gerechnet werden, daß der entstehende Fehler weniger als 2% des Ergebnisses beträgt, wenn der Überdruck unter 2% des Berstdruckes bleibt.

**b) Einfluß der Prüffläche.** Da mit zunehmender Prüffläche die Flächendehnung proportional steigt, müßte auch die auf die Flächeneinheit bezogene Luftdurchlässigkeit zunehmen. In der Tat ist dies bei manchen Papieren in geringem Maße zu beobachten. In den meisten Fällen wird jedoch eine Abnahme des Durchlässigkeitskoeffizienten  $k_F$  festzustellen sein. Dies ist auf die seitlich

Zahlentafel 37. Einfluß des wirksamen Druckes auf die Luftdurchlässigkeit<sup>1</sup>.  
Versuchsmaterial: Zellstoffkarton<sup>2</sup>.

Bestimmungsgröße	Druckdifferenz ( $p_{\Delta}$ ) in g/cm <sup>2</sup>									
	10	50	75	100	200	500	800	1200	1500	1800
Gasvolumen ( $v$ ) [cm <sup>3</sup> /min]	2,0	10,1	15,1	20,2	42,0	144	354	964	2260	4070
Theoretisches Gasvolumen ( $v_{th}$ ) [cm <sup>3</sup> /min]	2,0	10,0	15,0	20,0	40,0	100	160	240	300	360
$v - v_{th}$ [cm <sup>3</sup> /min]	0	0,1	0,1	0,2	2,0	44	194	724	1960	3710
$k_p (= v/p_{\Delta})$	0,2	0,2	0,2	0,2	0,21	0,29	0,44	0,80	1,50	2,25
$(k_p)_p [= k_p, \text{bezogen auf } k_{(p_{\Delta}=10)} = 100]$	100	100	100	100	105	145	220	400	750	1125

durch den Querschnitt des Papiers eintretende Luft zurückzuführen, die den Meßwert zwar in allen Fällen erhöht, bei kleiner Prüffläche jedoch relativ mehr als bei größerer (vgl. Abb. 209). Bei Anwendung geringer Drücke und

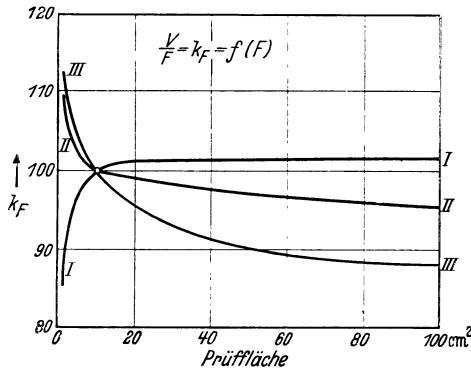


Abb. 209. Einfluß der Größe der Prüffläche auf die Luftdurchlässigkeit. I Filtrierpapier (125 g/m<sup>2</sup>); II holzhaltiges Papier (60 g/m<sup>2</sup>); III Zellstoffpapier (75 g/m<sup>2</sup>).  $k_F$  für  $F = 10 \text{ cm}^2$  ist gleich 100 gesetzt. (Proben ohne Abstützung frei eingespannt; wirksame Druckdifferenz = 10 g/cm<sup>2</sup>.)

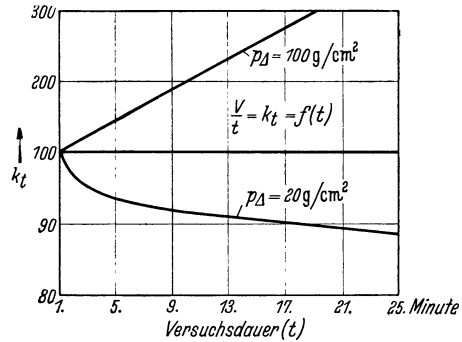


Abb. 210. Abhängigkeit der Luftdurchlässigkeit von der Versuchsdauer. Versuchsmaterial: holzhaltiger Karton; Prüffläche: 10 cm<sup>2</sup>. Der Wert von  $k_t$  für die Durchlässigkeit der ersten Minute ist gleich 100 gesetzt.

geeigneter Einspannvorrichtungen, die den Luftzutritt vom Rande her verhindern, bzw. bei rechnerischer Berücksichtigung des Fehlers<sup>3</sup> ist der Koeffizient  $k_F$  praktisch konstant.

c) **Einfluß der Versuchsdauer.** Die theoretische Proportionalität zwischen Versuchsdauer und Gasvolumen wird bei Untersuchungen über den Zeiteinfluß im allgemeinen bestätigt gefunden. Ausnahmen sind zu verzeichnen, wenn die Probe in stärkerem Maße durch die Einwirkung des Überdruckes plastisch verformt (verdichtet oder gedehnt) wird, sei es infolge besonderer Empfindlichkeit des Gefüges gegen mechanische Beanspruchung oder Anwendung höherer Drücke. In solchen Fällen ist der Koeffizient  $k_t$  wegen der Zeitabhängigkeit der plastischen Formänderungen nicht konstant. Die Abb. 210 erläutert dies am Beispiel der Luftdurchlässigkeit eines Kartons in Abhängigkeit von Versuchsdauer und Druckhöhe. Bei dem niedrigen Druck  $p_{\Delta} = 20 \text{ g/cm}^2$  ist infolge der in diesem Druckbereich hauptsächlich in Erscheinung tretenden Verdichtung eine zunehmende Verminderung der  $k_t$ -Werte zu beobachten, bei dem höheren Druck  $p_{\Delta} = 100 \text{ g/cm}^2$  wegen der wachsenden Flächendehnung hingegen eine stetige Abnahme.

d) **Abhängigkeit von der Luftfeuchtigkeit und Temperatur** (vgl. S. 108). Da sich mit dem Quellungszustand der Fasern auch die Kapillarstruktur des

<sup>1</sup> Prüffläche: 100 cm<sup>2</sup>.

<sup>2</sup> Berstdruck des Kartons: 4,81 kg/cm<sup>2</sup> (Prüffläche: 100 cm<sup>2</sup>).

<sup>3</sup> CARSON: Vergl. S. 236, Fußnote 6.

Papiers ändert, übt die *relative Luftfeuchtigkeit* einen erheblichen Einfluß auf die Luftdurchlässigkeit aus, worauf insbesondere von STOEWER<sup>1</sup> und CARSON<sup>2</sup> hingewiesen wurde. Demgegenüber ist die Luftdurchlässigkeit von der *Versuchstemperatur* unabhängig, wie die von CARSON ausgeführten Untersuchungen in Einklang mit der Theorie der laminaren Gasströmung durch Kapillaren ergaben. Naturgemäß bezieht sich diese Feststellung nur auf das Volumen des Gases, nicht aber auf seine Menge, die wegen der zunehmenden Dichte mit sinkender Temperatur steigt. (Der Einfluß der Versuchstemperatur auf die Viskosität der Luft kann in dem Temperaturbereich  $20 \pm 5^\circ$  vernachlässigt werden.)

Verändert sich bei der Einwirkung tiefer Temperaturen die Beschaffenheit des Materials durch Versprödung infolge Umwandlung des Aggregatzustandes oder Umkristallisation des Imprägniermittels (wie z. B. bei paraffiniertem Papier), so kann die Luftdurchlässigkeit bei tiefen Temperaturen ( $-15^\circ$ ) höher sein als bei  $20^\circ$ , insbesondere an den geknickten oder gerillten Stellen von Verpackungen für Gefrierdauereisen (G. KAESS)<sup>3</sup>.

### 3. Beziehung zwischen Dicke und Luftdurchlässigkeit.

Nach dem HAGEN-POISEUILLESchem Gesetz sind Dicke und Luftdurchlässigkeit einander umgekehrt proportional, d. h. das Produkt aus Dicke und Durchlässigkeit ist konstant (Abb. 211):

$$D v = \text{const}; \quad (1)$$

$D$  = Dicke [cm],

$$v = \text{Luftdurchlässigkeit} \left[ \frac{\text{cm}^3}{\text{s} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{g}/\text{cm}^2} \right].$$

Damit ist bei Vergleichsprüfungen an Materialien verschiedener Dicke die Möglichkeit gegeben, die Ergebnisse auf einen einheitlichen Dickenwert zu beziehen:

$$v_2 = \frac{D_1}{D_2} v_1; \quad (2)$$

$v_1$  und  $v_2$ : die den Dicken  $D_1$  und  $D_2$  entsprechenden Durchlässigkeitswerte.

Für  $D_2 = 0,01$  cm als Bezugswert gilt dann z. B.:

$$v_{0,01} = 100 D_1 v_1. \quad (2a)$$

Die durch die Gleichung (1) zum Ausdruck gebrachte einfache Gesetzmäßigkeit hat zur Voraussetzung, daß die Gefügebeschaffenheit (Kapillarstruktur) von der Dicke unabhängig ist, ein Umstand, der sich hauptsächlich in der Konstanz des Raumgewichtes äußert, bei der Herstellung von Papieren verschiedener Dicke aus demselben Stoff indessen nur annähernd zu verwirklichen ist<sup>4</sup>. Da diese Grundbedingung nicht immer erkannt wurde, sind im Schrifttum mehrfach andere Meinungen über die Gesetzmäßigkeit zwischen Dicke und Durchlässigkeit vertreten worden<sup>5</sup>.

### 4. Prüfverfahren und Prüfgeräte.

a) Der SCHOPPERSche Luftdurchlässigkeitsprüfer (Abb. 212) ist das für die Bestimmung der Luftdurchlässigkeit von Papier auf dem Kontinent verbreitetste Gerät. Das Meßprinzip beruht darauf, daß Luft unter der Wirkung eines Unterdruckes, der mit Hilfe einer MARIOTTESchen Flasche konstant gehalten wird, durch das Papier gesaugt wird. Aus dem Wasservolumen, das in der Zeiteinheit aus der MARIOTTESchen Flasche austritt, wird die durchgetretene Luftmenge bestimmt.

<sup>1</sup> STOEWER: Vgl. S. 108. — <sup>2</sup> CARSON: Siehe S. 236, Fußnote 6.

<sup>3</sup> KAESS, G.: Der Papierfabrikant — Wochenblatt für Papierfabrikation, Heft 6, Sept. 1943, S. 203—215.

<sup>4</sup> Die durch Benutzung der Gleichung (1) erhaltenen relativen Durchlässigkeitswerte sind daher nur Näherungswerte.

<sup>5</sup> Vgl. die Literaturübersicht bei CARSON (siehe S. 236, Fußnote 6).

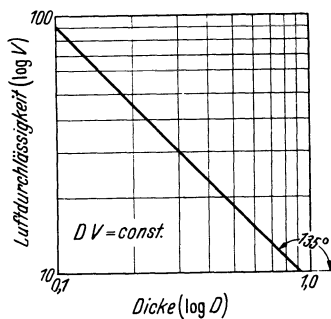


Abb. 211. Beziehung zwischen Dicke und Luftdurchlässigkeit.

Das Wassergefäß *G* mit dem Saugrohr *S* und dem Einfülltrichter *T* ist zusammen mit der Einspannvorrichtung *E/R* und dem Manometer *M* an einem Rohr *F* angebracht, das an der Stativstange *St*<sub>1</sub> vertikal verschiebbar ist. Damit das Verstellen dieser Apparateile leicht vorgenommen werden kann, sind sie durch ein Gegengewicht *A*, das durch die Stativstange *St*<sub>2</sub> geführt wird, ausgeglichen. Unveränderlich fest sitzt an der Stativstange *St*<sub>1</sub> in einem Rohrhalter das Überlaufrohr *O*, welches durch einen Gummischlauch mit dem Gefäß *G* in Verbindung steht.

Nachdem *G* mit Wasser gefüllt ist, geschieht die Ausführung des Versuches in folgender Weise: Mit einer Schablone wird aus dem Papier eine Probescheibe ausgeschnitten und in die Einspannvorrichtung *E/R* sorgfältig eingespannt. Um den gewünschten Unterdruck zu erzeugen, wird das Rohr *F* mit allen daran befestigten Teilen unter Beobachtung der beiden Flüssigkeitsspiegel im Manometer *M* allmählich hochgeschoben. Sobald der Höhenunterschied der beiden Wasserspiegel den Unterdruck anzeigt, wird das Rohr *F* mit einer Stellschraube festgelegt. Dieser Druck wird durch die MARIOTTESCHE Flasche *G* konstant gehalten; er ist bedingt durch den Höhenunterschied zwischen *I* und *N*, der um so größer ausfällt, je geringer die Durchlässigkeit des Papiers ist. Die in den Meßzylinder fließende Wassermenge entspricht dem durchgesaugten Luftvolumen.

Die Größe der freien Einspannfläche beträgt 10 cm<sup>2</sup>, der einstellbare Unterdruck 0 bis 100 g/cm<sup>2</sup>, der Meßbereich 0 bis 1 Liter/min. Da dieser Meßbereich für die Prüfung *sehr durchlässiger* Materialien (z. B. Gasmaskenfilter) nicht ausreicht, wurde von SCHOPPER ein Apparat mit einer größeren MARIOTTESCHEN Flasche herausgebracht, der bei einem maximalen Unterdruck von 10 g/cm<sup>2</sup> einen Luftdurchgang von 4 Liter/min zu messen gestattet. Für die Untersuchung *sehr dichter* Materialien auf Gasdurchlässigkeit wurde ferner ein besonderes, auf demselben Prinzip beruhendes Gerät entwickelt (Abb. 213).

Auf einer Grundplatte sind die Einspannvorrichtung für den Probekörper und das Stativ mit einer Bürette und einem Gasbehälter mit Manometer angeordnet. Die Bürette und der Gasbehälter sind aus Glas hergestellt und stehen untereinander und mit der Einspannvorrichtung durch Schläuche in Verbindung. Das zur Prüfung zu verwendende Gas wird zweckmäßigerweise einer Stahlflasche entnommen und durch einen Schlauch dem Apparat zugeführt. Die Bürette dient zum Einstellen des Prüfdruckes und ist zu diesem Zweck an dem Stativ verschiebbar angebracht. Zum Feineinstellen ist eine Mikrometereinrichtung vorgesehen. Die Bürette ist als MARIOTTESCHE Flasche ausgeführt. In dem Maße, wie das Gas durch die Probe entweicht, fließt aus der Bürette nach dem Gasbehälter Wasser aus. Es kann daher unmittelbar die in einer bestimmten Zeit durch die Probe gedrungene Gasmenge an der

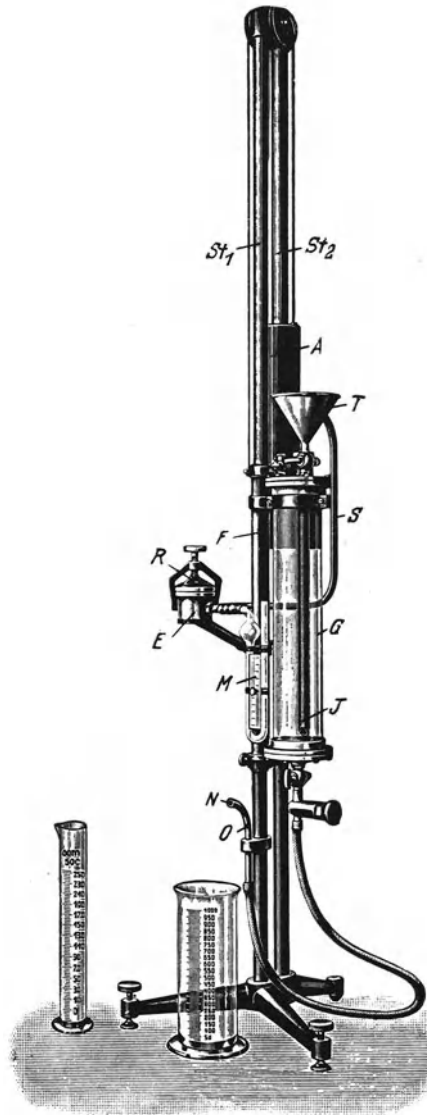


Abb. 212. SCHOPPERS Luftdurchlässigkeitsprüfer für Papier.

Bürette abgelesen werden, die zu diesem Zweck mit einer Teilung ( $\frac{1}{10}$  cm<sup>3</sup>) versehen ist. Größe der Prüffläche: 100 cm<sup>2</sup>, Überdruck: 0 bis 10 g/cm<sup>2</sup>, Meßbereich: 0 bis 15 cm<sup>3</sup>/min bei 10 g/cm<sup>2</sup>.

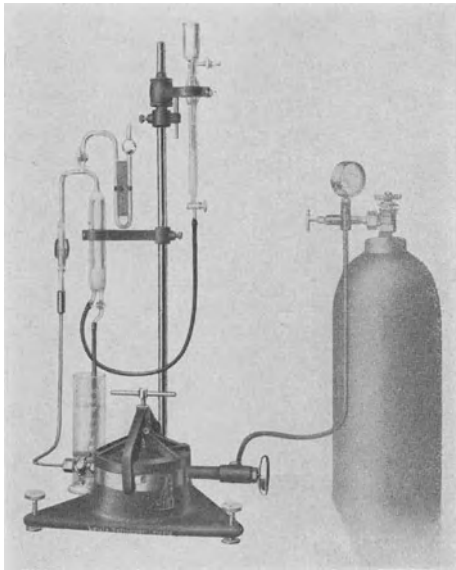


Abb. 213. SCHOPPERS Luftdurchlassigkeitsprüfer für sehr dichte Materialien.

**b) Versuchsanordnung von DALÉN.**

Diese besteht im wesentlichen aus einer Vorrichtung zum Einspannen der Probe, einem Gasmesser und einer Luftpumpe. Sie ist in HERZBERG: Papierprüfung, VII. Auflage, S. 177 ausführlich beschrieben. Eine apparative Weiterentwicklung dieser Versuchsanordnung stellt ein von SCHOPPER geliefertes Gerät dar, das vornehmlich für die Prüfung von Textilien dient, wegen seines weiten Meßbereiches aber auch für die Untersuchung besonders durchlässiger Papiere geeignet ist (Abb. 214).

Der Apparat besteht aus einer Fliehkraftluftpumpe, die mit einem Elektromotor direkt gekuppelt ist. Darüber ist eine Gasuhr angeordnet, deren Auslaßstutzen durch eine Rohrleitung mit der Luftpumpe in Verbindung steht. Der Einlaßstutzen der Gasuhr ist durch einen Schlauch mit einem Rohr verbunden, in das ein Feinstellventil eingeschaltet ist und das in das Einspanngefäß mündet. Von dem Einspanngefäß

führt ferner eine Leitung nach dem Unterdruckmesser, der als Schrägrohrmanometer ausgebildet ist. Größe der Prüffläche: 20 bis 200 cm<sup>2</sup>; Unterdruck: 0 bis 50 g/cm<sup>2</sup>; Meßbereich: 1 bis 100 Liter/min.

c) Auf einem anderen, ursprünglich von WINKLER und KARSTENS<sup>1</sup> vorgeschlagenen Meßprinzip beruht das in Amerika viel benutzte **GURLEY-Densometer**<sup>2</sup>. Ein beiderseits offener Zylinder (Abb. 215) wird an dem einen Ende mit dem zu prüfenden Papier abgedichtet und dann soweit in ein mit Wasser gefülltes Gefäß getaucht, daß sich zwischen den Wasserspiegeln im äußeren und innerem Gefäß eine bestimmte Niveaudifferenz und damit im

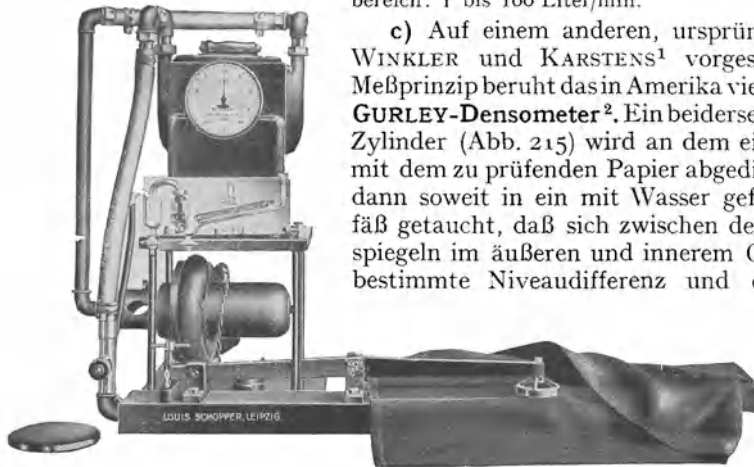


Abb. 214. SCHOPPERS Luftdurchlassigkeitsprüfer für sehr durchlässige Materialien.

inneren Gefäß ein Luftüberdruck einstellt. Die Luft entweicht unter der Wirkung des Überdruckes durch das Papier bis Niveaugleichheit eingetreten ist.

<sup>1</sup> WINKLER, O. u. H. KARSTENS: Papieruntersuchung, Leipzig 1902, S. 41.

<sup>2</sup> CARSON: Zellstoff u. Papier **10** (1930) S. 193.

Die beiden Zylinder des Gerätes sind aus Metall gefertigt. Zur Messung wird der äußere Zylinder bis zu einer bestimmten Marke mit destilliertem Wasser gefüllt, der innere bis zur eingravierten Nulllinie eingetaucht und dann losgelassen. Die Zeit, die der innere Zylinder braucht, um von der Linie 0 bis zur Linie 100 zu sinken, entspricht der Zeit, in der  $100 \text{ cm}^3$  Luft durch die Poren des zu untersuchenden Papiers gehen; sie ist maßgebend für die Beurteilung der Luftdurchlässigkeit.

Dieses Meßprinzip hat den Nachteil, daß der Druck, unter dem die Luft durch das Papier entweicht, während des Versuches ständig abnimmt, daß also in der Zeiteinheit eine immer kleinere Luftmenge durchgedrückt wird. Ein weiterer Übelstand liegt darin, daß die durch das Papier entweichende Luft sehr feucht ist, während des Versuches immer feuchter wird und daher den physikalischen Zustand des Papierblattes bis zum Ausgleich ständig ändert. Die Fasern quellen und verengen die Kanäle, durch die die Luft entweicht.

Um die mit dem SCHOPPERSchen Apparat erhaltenen Werte mit denen des Densometers vergleichen zu können, hat HALL<sup>1</sup> auf Grund praktischer Versuche die in Abb. 216 wiedergegebene Kurve aufgestellt. Es dürfte sich jedoch hierbei nur um Annäherungswerte handeln, da man bei verschiedenen Papiersorten nicht völlig gleiche Kurven erhalten wird.

**d) Verfahren nach WOLODKIEWITSCH<sup>2</sup>.** Für die Prüfung von Packmaterial für Lebensmittel wurde im Reichsinstitut für Lebensmittelfrischhaltung in Karlsruhe eine Methode entwickelt, die eine Bestimmung der Luftdurchlässigkeit auch bei tiefen Temperaturen ermöglicht, wie sie in Gefrierräumen angewendet werden.

Die Prüfung erfolgt mit einem Apparat, bei dem der Unterdruck durch das Eigengewicht einer kurzen, in einem engen Glasrohr freihängenden Quecksilbersäule konstant gehalten wird. Dieses Rohr ist an der Unterdruckseite der Probeneinspannvorrichtung angebracht; es stellt den absteigenden Teil eines geschlossenen U-förmigen Rohrsystems dar, dessen aufsteigender Teil mit der Oberseite der Einspannvorrichtung verbunden ist. In dem Maße, als die Luft aus dem einen Schenkel des U-Rohres unter der Wirkung des eingestellten Unterdruckes (im allgemeinen  $18,4 \text{ Torr} = 250 \text{ mm WS}$ ) durch die Probe tritt, sinkt die Quecksilbersäule im anderen Schenkel ab, wobei die Luftmenge aus der Höhendifferenz und aus dem Rohrquerschnitt unter Berücksichtigung des atmosphärischen Druckes, der Temperatur und der Reibung des Quecksilbers an der Rohrwand berechnet wird (zwischen Unterdruck und Luftvolumen wird Proportionalität angenommen). Der Apparat ist vornehmlich für die Untersuchung dichter Materialien gedacht.

<sup>1</sup> HALL: Papier 1929, Nr. 11.

<sup>2</sup> WOLODKIEWITSCH, N.: Papierfabrikant 41 (1943) S. 29.



Abb. 215.  
GURLEY-Densometer.

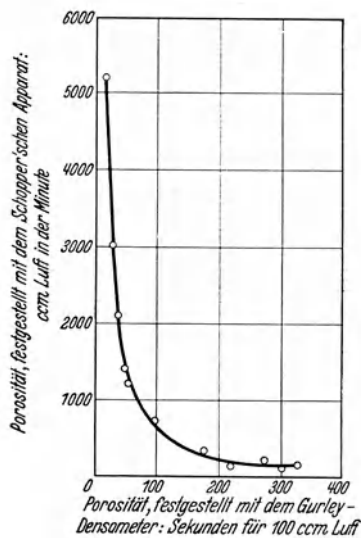


Abb. 216. Vergleich der mit den Geräten von SCHOPPER und GURLEY festgestellten Luftdurchlässigkeitswerte.

e) **Andere Prüfverfahren.** Zur Prüfung von Kabelpapier hat EMANUELI ein Gerät entwickelt, dessen Prinzip auf dem Vergleich des Widerstandes beruht, den einerseits das zu prüfende Papier, andererseits ein bekanntes Durchlässigkeitsmuster einem hindurchgeschickten Luftstrom bietet. Als Vergleichsmuster dient eine Kapillare von bestimmten Abmessungen<sup>1</sup>. Ein im grundsätzlichen gleiches Verfahren wurde von CARSON<sup>2</sup> benutzt. — Von MANEGOLD und SOLF<sup>3</sup> wurde ein „Darcymeter“ benanntes Gerät beschrieben, bei dem die Luft aus einem Meßrohr angesaugt wird, das mit zwei Marken versehen ist. Wenn die Luft im Meßrohr unter dem gleichen Druck steht wie die umgebende Atmosphäre, wird das offene Ende des Rohres mit einer Seifenlamelle verschlossen, die während des Versuches als gewichtsloser, beweglicher Verschluss an der Innenwand des Rohres wandert. Gemessen wird die Zeit, die die Lamelle für das Vorrücken zwischen den beiden Marken benötigt. — Durch Verwendung eines besonderen Aufsatzes an Stelle von Druckteller und Gummipatte, der durch Schraubendruck gegen die Stempelfläche gepreßt wird, läßt sich auch der BEKKSche Glätteprüfer (s. S. 249) zum Messen der Luftdurchlässigkeit verwenden. Dabei wird die Durchtrittszeit von 100 cm<sup>3</sup> Luft durch 1 cm<sup>2</sup> Papier bei einem mittleren Unterdruck von 0,5 kg/cm<sup>2</sup> bestimmt.

#### Bestimmung der Luftdurchlässigkeit nach DIN DVM 3413<sup>4</sup>.

*Begriff.* Unter Luftdurchlässigkeit wird die Luftmenge verstanden, die unter den festgesetzten Versuchsbedingungen durch die Probe hindurchgeht.

*Probenahme.* Die Probefolien sind von verschiedenen Stellen einer Anfertigung oder Lieferung zu entnehmen, um einen guten Durchschnitt zu erhalten. Die Zahl der Probefolien richtet sich nach dem Umfang der Lieferung und soll mindestens 10 betragen. Die ungekniffte Fläche der Probefolien soll möglichst 25 × 30 cm groß sein.

*Auswahl der Proben.* Die Proben sollen, soweit wie möglich, frei von Wasserzeichen, Aufdruck u. dgl. sein und dürfen keine Beschädigungen (Knitter, Löcher) aufweisen.

*Auslegen der Proben.* Die für die Prüfung auf Luftdurchlässigkeit erforderlichen Proben sind vor der Prüfung mindestens 12 h lang bei 65 ± 2% relativer Luftfeuchtigkeit und Zimmertemperatur (18 bis 25°) auszulegen, um praktisch Gleichgewichtszustand zwischen dem Feuchtigkeitsgehalt der Luft und dem der Proben zu erreichen. Die Proben werden unter den gleichen klimatischen Bedingungen geprüft.

*Gerät.* Das Prüfgerät muß folgende Bedingungen erfüllen:

- a) Die durch die Probe hindurchgehende Luftmenge muß unmittelbar oder mittelbar auf mindestens 1% des Meßwertes genau zu messen sein.
- b) Das Druckgefälle muß während des Versuches konstant bleiben. Es muß in den Grenzen von 10 mm bis mindestens 250 mm WS einstellbar sein.
- c) Die durch die Probe dringende Luft muß 65 ± 2% relative Feuchtigkeit haben; dieser Wert darf sich während des Versuches nicht ändern.
- d) Die Probe muß so eingespannt werden, daß das Meßergebnis nicht durch Undichtigkeit beeinflußt wird. Elastische Dichtungsmaterialien, wie Gummi, sind ungeeignet, weil sie die Größe der Prüffläche ändern können. Die Dichtigkeit des Gerätes ist von Zeit zu Zeit nachzuprüfen.

<sup>1</sup> Technologie- und Chemie der Papier- und Zellstofffabrikation 25 (1928) Nr. 4.

<sup>2</sup> CARSON: Siehe S. 236, Fußnote 6 u. Paper Trade J. 99 (1934) Nr. 16, S. 44.

<sup>3</sup> MANEGOLD u. SOLF: Siehe S. 236, Fußnote 6.

<sup>4</sup> Wiedergegeben mit Genehmigung des deutschen Normenausschusses. Maßgebend ist die jeweils neueste Ausgabe des Normblattes im Normformat A 4, das beim Beuth-Vertrieb, GmbH., Berlin SW 68, erhältlich ist.

*Prüffläche.* Die Prüffläche soll 10 cm<sup>2</sup> groß sein.

*Druckgefälle.* Im allgemeinen wird bei einem Druckgefälle von 100 mm WS geprüft, wobei der absolute Druck der Luft beim Eintritt oder Austritt dem atmosphärischen Druck entsprechen muß.

Ist die Durchlässigkeit bei einem Druckgefälle von 100 mm WS geringer als 5 cm<sup>3</sup>/min, so ist bei einem Druckgefälle von 250 mm WS zu prüfen.

*Versuchsdauer.* Die Versuchsdauer soll bei der Prüfung mit 100 mm WS 1 min, bei der Prüfung mit 250 mm WS 10 min betragen. Die Grobeinstellung des Druckes ist an Vorproben vorzunehmen; die Feineinstellung muß innerhalb 30 s nach Einspannen der Probe beendet sein; von da ab beginnt die Versuchsdauer.

*Zahl der Versuche.* Zu prüfen sind mindestens 5 Proben von der einen Seite und 5 Proben von der anderen Seite.

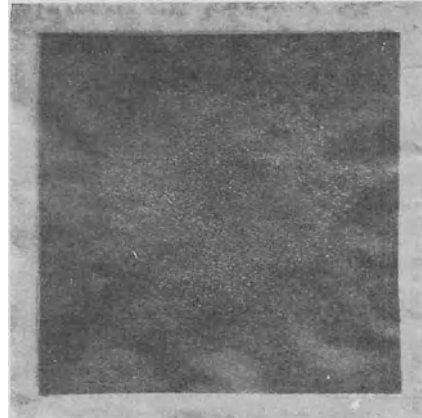
*Ergebnis.* Anzugeben sind: der aus den Einzelversuchen gebildete Mittelwert der Luftmenge, bei Meßwerten bis 100 cm<sup>3</sup> gerundet auf 1 Stelle nach dem Komma, bei Meßwerten über 100 bis 1000 cm<sup>3</sup> gerundet auf 1 cm<sup>3</sup>, bei Meßwerten über 1000 cm<sup>3</sup> gerundet auf 10 cm<sup>3</sup>, Zahl der Einzelversuche, Größe der Prüffläche in cm<sup>2</sup>, Druckgefälle in mm WS, Versuchsdauer in min, relative Luftfeuchtigkeit und Temperatur des Prüfraumes.

## XI. Fettdichtigkeit.

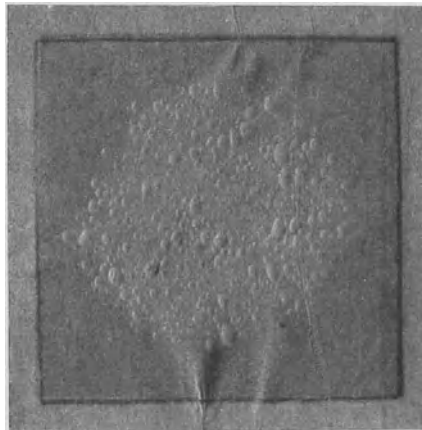
Zum Verpacken von Nahrungsmitteln werden Pergament-, Pergamentersatz- und Pergaminpapiere sowie besonders präparierte Papiere verwendet. Verlangt wird von diesen Papieren, falls sie zum Einwickeln von Butter, Schmalz, Speck usw. dienen sollen, daß sie fett-dicht sind.

### 1. Blasenprobe.

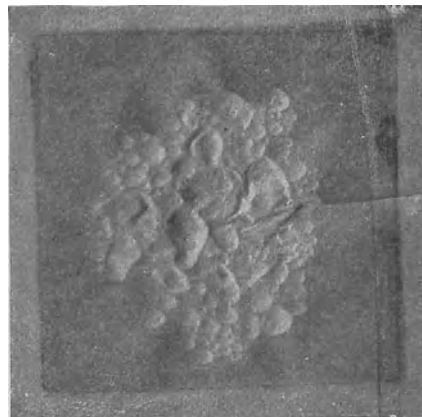
Zur Feststellung der Fettdichtigkeit wird in der Praxis meist die sog. Blasenprobe angewendet. Wenn man eine Bunsenflamme, Spiritusflamme o. ä. kurze Zeit auf Papier der erwähnten



Sehr geringe Blasenbildung.



Mittlere Blasenbildung.



Starke Blasenbildung.  
Abb. 217. Blasenprobe.



Art wirken läßt, so entstehen mit knisterndem Geräusch Blasen von der Größe eines Stecknadelkopfes bis zu der einer Bohne und darüber. Man verfährt dabei so, daß man mit einem Stück des Papiers die Flamme von oben her mit kurzem Ruck auf die Hälfte herunterdrückt, das Papier einen Augenblick stillhält und dann aus der Flamme entfernt, bevor es sich entzündet. Hierbei entsteht im Innern des Papiers Dampfentwicklung, und da die Dämpfe wegen der dichten Oberfläche nur schwer entweichen können, treten blasige Auftreibungen auf (Abb. 217). Je dichter die Oberfläche, um so stärker die Blasenbildung. Hierbei müssen stark blackende Flammen vermieden werden, da der entstehende Ruß als schlechter Wärmeleiter die kräftige Einwirkung der Flamme auf eine räumlich begrenzte Stelle des Papiers verhindert.

Da die Ausführung der Blasenprobe über einer Flamme eine gewisse Übung voraussetzt, um dabei Versengen oder Verbrennen des Papiers zu verhüten, haben NOLL und NAGEL<sup>1</sup> untersucht, welche Temperatur für die Blasenbildung bei fettgedichteten Papieren erforderlich ist.

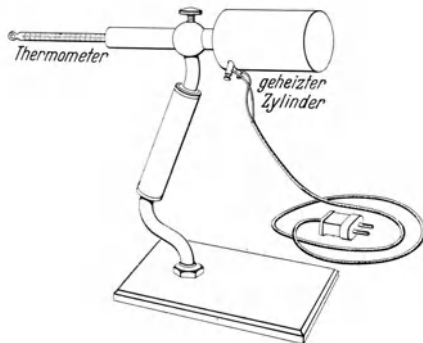


Abb. 218. Gerät für die Blasenprobe nach NOLL und NAGEL.

Es hat sich dabei ergeben, daß die Blasenbildung nicht auf die Anwendung einer Flamme beschränkt ist, sondern auf jeder beliebigen erhitzten Fläche im Temperaturbereich von etwa 250 bis 300° eintritt. Auf Grund der bei diesen Untersuchungen gemachten Erfahrungen haben die genannten Autoren das in Abb. 218 veranschaulichte Gerät konstruiert. Der Apparat besteht im wesentlichen aus einem elektrisch heizbaren Metallzylinder mit einer in das Innere des Heizkörpers hineinragenden Hülse zur Aufnahme eines Thermometers. Die

Heizvorrichtung ist so bemessen, daß eine Temperatur von 300° nicht überschritten wird.

Zur Ausführung des Versuches nimmt man einen Streifen des zu prüfenden Papiers zwischen Daumen und Zeigefinger beider Hände und hält das Papier einen Augenblick unter schwacher Spannung auf den erhitzten Zylinder. Die Größe der hierbei auftretenden Blasen ist nach Feststellung der Autoren unter sonst gleichen Bedingungen vom Wassergehalt der Papiere abhängig.

Die Erfahrung hat gezeigt, daß Papiere mit positiver Blasenprobe in den meisten Fällen auch fett dicht sind. Es kommen aber auch Ausnahmen vor; einerseits gibt es fett dichte Papiere, die keine Blasen bilden und andererseits solche, die trotz (dann allerdings meist sehr schwacher) Blasenbildung nicht völlig fett dicht sind. Es ist daher nötig, sich nicht auf die Blasenprobe allein zu stützen, sondern das Papier auch noch direkt mit Fettstoffen zu prüfen.

## 2. Unmittelbare Prüfung mit Fett und öligen Stoffen.

a) **Schmalzprobe**<sup>2</sup>. Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem wird wie folgt verfahren: 2 g Schweineschmalz werden unter Benutzung einer Schablone in 1 mm dicker Schicht auf 5 × 5 cm<sup>2</sup> des zu prüfenden Papiers ausgebreitet und mit einem zweiten Blatt des Papiers bedeckt. Diese Packung wird auf eine Glasscheibe gelegt und mit einer zweiten, etwa 100 g schweren Scheibe belastet (einem Druck von 4 g/cm<sup>2</sup> entsprechend), nachdem vorher zwischen

<sup>1</sup> NOLL u. NAGEL: Papierfabrikant **32** (1934) S. 277 u. 289.

<sup>2</sup> BARTSCH: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1915, S. 441 u. 1917, S. 52.

Packung und Glasscheiben je ein Abschnitt Schreibpapier gelegt worden ist. Man kann so die Wirkung des Fettes von beiden Seiten durch die Glasscheiben beobachten. Das Papier ist vor dem Versuch bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit und  $20 \pm 1^\circ$  auszulegen, die Versuchstemperatur muß ebenfalls  $20 \pm 1^\circ$  betragen.

Um bei der Prüfung Schweineschmalz von stets gleicher Beschaffenheit zu benutzen, wird frischer, ungesalzener Speck („Liesen“) ausgelassen und zur Vermeidung des Ranzigwerdens kühl und im Dunkeln gelagert. Vor der Prüfung ist die benötigte Schmalzmenge einige Stunden bei  $20^\circ$  zu temperieren.

Gut fettdichte Papiere lassen das Fett selbst nach mehreren Stunden noch nicht durch. Bei längerer Einwirkung zeigt dann aber das Schreibpapier Fettflecke, denn absolut fettdichte Papiere gibt es nicht, wenigstens nicht unter den Pergamentersatz- und Pergaminpapieren.

Im Materialprüfungsamt werden Papiere als *praktisch fettdicht* bezeichnet, wenn sie unter den geschilderten Bedingungen nach 2 Stunden kein Fett hindurchlassen. Zeigt das Schreibpapier nur ganz vereinzelte Fettflecke, so können diese vernachlässigt werden, da derartige Stellen bei der Verwendung des Papiers ohne Bedeutung sind.

b) Zur raschen Orientierung dient die **Terpentinölprobe**<sup>1</sup>, nach der 0,2 cm<sup>3</sup> Terpentinöl 30 s lang auf 1 dm<sup>2</sup> Papierfläche mit dem Finger verrieben werden. Untergelegtes Schreibpapier zeigt an, ob hierbei Öl durch die zu prüfende Probe gegangen ist oder nicht. Gut fettdichte Papiere lassen bei diesem Versuch das Öl nicht

durch; bei nicht fettdichten Papieren dringt es sofort mehr oder weniger durch.

c) **Verfahren nach NOLL und NAGEL**<sup>2</sup>. Von diesen Verfassern wurde vorgeschlagen, zur besseren Reproduzierbarkeit der Fettdichtigkeitsprüfung an Stelle von Schmalz einen chemisch einheitlichen Stoff zu verwenden. Nach ihren Versuchen hat sich hierfür *Phthalsäurediäthylester*<sup>3</sup> als geeignet erwiesen. Die Prüfung wird mit Hilfe eines besonderen Gerätes<sup>4</sup> ausgeführt.

Das eine Ende des um eine Achse schwenkbaren Messingzylinders (Abb. 219) trägt die Einspannvorrichtung für die Probe, die einen Durchmesser von 30 mm besitzt, das andere Ende ist durch eine mit einer Thermometerhülse versehene Überwurfmutter verschlossen. Unter dem Zylinder befindet sich ein durch ein Kugelgelenk verstellbarer Spiegel. Beim Versuch werden in den mit der Einspannvorrichtung nach oben gestellten Zylinder 25 cm<sup>3</sup> Phthalsäurediäthylester gebracht und die Probe eingespannt. Darauf wird der Apparat um  $180^\circ$  geschwenkt und mit Hilfe des Spiegels beobachtet, ob und wann Durchdringen der Flüssigkeit erfolgt. Wenn nach Verlauf von 1 h kein Durchschwitzen in Form feiner Tröpfchen erkennbar ist, gilt das Papier als praktisch fettdicht.

Zur Kontrolle der Versuchstemperatur, die  $20^\circ$  betragen soll, wird ein Thermometer in die hierfür vorgesehene Hülse eingesetzt. Für Fälle, bei denen eine Fettdichtigkeit bei höherer Temperatur in Betracht kommt, ist ein neben der Thermometerhülse angebrachter und auswechselbarer Heizkörper bestimmt.

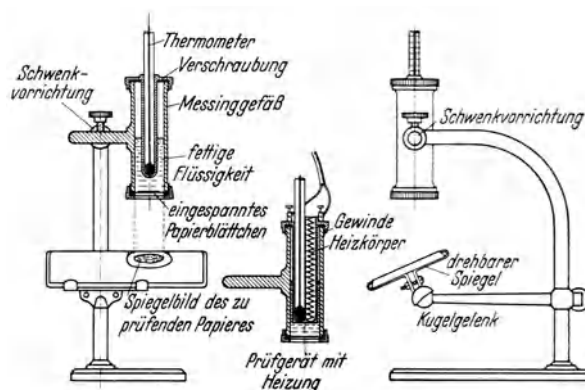


Abb. 219. Fettdichtigkeitsprüfer nach NOLL und NAGEL.

<sup>1</sup> BARTSCH: Siehe S. 246, Fußnote 2.

<sup>2</sup> NOLL u. NAGEL: Papierfabrikant **32** (1934) S. 277 u. 289.

<sup>3</sup> Phthalsäurediäthylester ist eine wasserhelle, bei etwa  $300^\circ$  siedende, neutrale Flüssigkeit von öligem Charakter. Bezugsquellen: E. Merck, Darmstadt; Schering AG., Berlin N 65; Schimmel u. Co. AG., Miltitz-Leipzig.

<sup>4</sup> Das Gerät kann von der Zellstoffabrik Waldhof (Mannheim-Waldhof) bezogen werden.

**d) Verfahren von BEKK.** Zur Bestimmung der Fettdichtigkeit kommt auch das von BEKK entwickelte Verfahren zur Messung der Durchlässigkeit von Papier für Flüssigkeiten beliebiger Beschaffenheit, Fette u. dgl. in Betracht, das auf S. 213 beschrieben ist („Methode A“).

### Beurteilung der Verfahren.

Sowohl die Blasenprobe, wie die Terpentinölprobe haben als Schnellmethode den Vorteil, daß sie das Versuchsergebnis sofort erkennen lassen. Da sie jedoch nicht in allen Fällen mit dem Dauerversuch unter Verwendung von Schweineschmalz übereinstimmen, ist im Materialprüfungsamt für die Beurteilung der Fettdichtigkeit allein die Schmalzprobe maßgebend.

Ob der vom Gesichtspunkt der Reproduzierbarkeit zu befürwortende Vorschlag, Schweineschmalz durch eine definierte, chemisch einheitliche Substanz von fettartiger Beschaffenheit zu ersetzen, ohne Einschränkung anwendbar ist, hängt davon ab, ob mit einem derartigen Prüfmittel in allen Fällen das gleiche Ergebnis erzielt wird wie beim praktischen Versuch mit Schweineschmalz. Zur Zeit liegen in dieser Hinsicht ausreichende Erfahrungen noch nicht vor.

## XII. Glätte.

Für die Bestimmung der Glätte wurden folgende Meßprinzipien vorgeschlagen:

1. Abtasten der Oberfläche,
2. Messung der Reibung,
3. Messung der Oberflächenporosität,
4. Beurteilung der Oberflächenstruktur bei schwacher Vergrößerung und Schrägliecht,
5. Bestimmung aus dem Glanz.

### 1. Bestimmung durch Abtasten der Oberfläche.

a) Auf einfachste Weise kann man die Glätte, wenn es sich um einen Vergleich handelt, dadurch beurteilen, daß man mit dem Finger leicht über die Oberfläche des Papiers streicht, wobei sich erfahrungsgemäß noch kleine Unterschiede in der Glätte nachweisen lassen.

b) Zur *zahlenmäßigen* Bestimmung der *Rauhigkeit* bedient sich HUETER<sup>1</sup> eines Verfahrens, bei dem ein Fühlstift über das Papier hinweggeführt wird, und die Bewegungen des Stiftes, die den Abweichungen der Fläche von der Ebene entsprechen, auf elektrischem Wege registriert werden.

c) Auf einem ähnlichen Prinzip beruht ein von FLEMMING<sup>2</sup> ausgearbeitetes Verfahren. Zum Abtasten der Oberfläche werden hierbei zwei Kugeln verwendet, von denen die eine 1 mm, die andere 10 mm Dmr. aufweist, um die *Rauhigkeit* von der *Unebenheit* trennen zu können. Beim Abtasten mit der kleinen Kugel soll nach FLEMMING die Rauhigkeit und Unebenheit, mit der großen Kugel nur die Unebenheit erfaßt werden, so daß sich aus der Differenz beider Messungen ein Zahlenwert für die Rauhigkeit ergibt.

### 2. Bestimmung auf mechanischem Wege durch Messung der Reibung.

Zur Bestimmung der Glätte auf mechanischem Wege benutzen RENDALL und JONES die schiefe Ebene. RENDALL<sup>3</sup> beurteilt die Glätte nach dem Neigungs-

<sup>1</sup> HUETER: Papierfabrikant **30** (1932) S. 387.

<sup>2</sup> FLEMMING: Wbl. Papierfabr. **64** (1933) Sondernummer S. 38.

<sup>3</sup> RENDALL: Paper Trade J. Bd. 81 (1925) S. 47.

winkel, bei dem ein mit dem zu prüfenden Papier bespannter Holzblock nach Aufsetzen auf die mit dem gleichen Papier belegte Ebene zu gleiten beginnt. Je weniger die Gleitbahn angehoben zu werden braucht, um den Block zum Gleiten zu bringen, desto glatter ist das Papier. JONES<sup>1</sup> verwendet eine schiefe Ebene, deren Neigungswinkel  $27^\circ$  beträgt. Auf der mit dem Papier belegten Ebene wird ein mit glatter Auflagefläche versehener Schlepper unter dem Zug eines Gewichtes nach aufwärts bewegt. Als Maß für die Glätte gilt die Zeit, die der Schlepper braucht, um einen bestimmten Weg zurückzulegen; je glatter das Papier ist, um so schneller wird er die Strecke durchmessen.

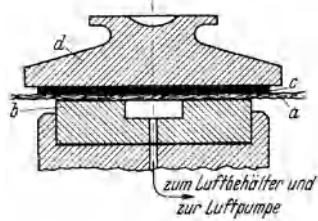


Abb. 220. Darstellung des Meßprinzips bei der Glätteprüfung nach BEKK.

BRECHT<sup>2</sup> weist darauf hin, daß bei beiden Verfahren die Kennzeichnung der Glätte durch die Härte des Materials beeinflußt wird, die in das Ergebnis ein- geht. Daher können Papiere gleicher Glätte aber verschiedener Härte, nach diesen Methoden gemessen, verschiedene Glättewerte ergeben.

### 3. Bestimmung der Glätte aus der Oberflächenporosität nach BEKK<sup>3</sup>.

Dieses Verfahren beruht auf dem Prinzip, daß die Abdichtung zwischen einem Papierblatt und einer mit bestimmtem Druck angepreßten polierten Oberfläche um so vollkommener ist, je glatter die Papieroberfläche ist.

Die Meßanordnung bei dem von BEKK entwickelten Glätteprüfer<sup>4</sup> ist folgende: Das Prüfstück (a) (Abb. 220) wird auf den gläsernen, in der Mitte durchbohrten Stempel (b) gelegt, unter Zwischenlage einer weichen Gummiplatte (c) mit dem Druckteller (d) beschwert und das Ganze mit einem herunterklappbaren Hebel (Abb. 221) belastet. Die Auflagefläche des Stempels beträgt  $10 \text{ cm}^2$ , der Querschnitt seiner Bohrung  $1 \text{ cm}^2$ , Behebeldruck  $10 \text{ kg}$ , der durch der Lastung des Hebelarmes mit Gewichten auf z. B.  $100 \text{ kg}$  erhöht

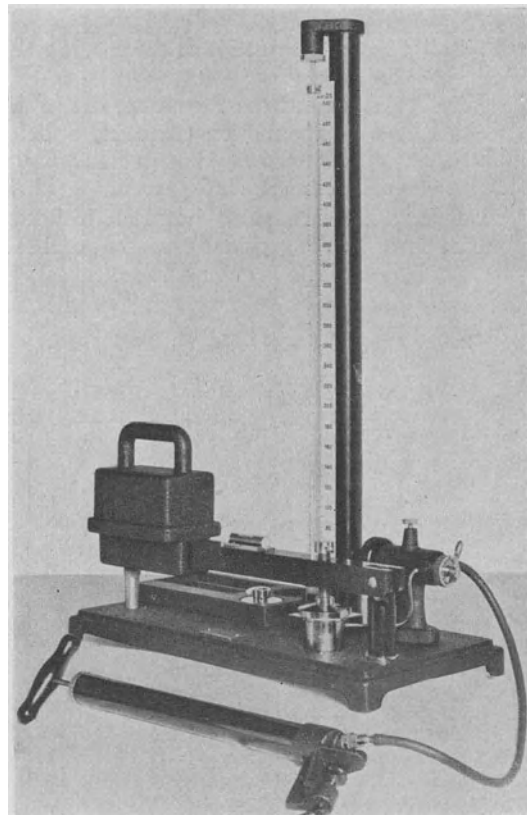


Abb. 221. Glätte- und Porositätsprüfer nach BEKK.

<sup>1</sup> JONES: Paper Trade J. Bd. 88 (1929) Nr. 4, S. 50. — Papierztg. 54 (1929) S. 560.

<sup>2</sup> BRECHT: Zellstoff u. Papier II (1931) S. 679.

<sup>3</sup> BEKK: Drucktechnische Papierprüfmethoden. Z. Dtschld. Buchdr. 42 (1930) S. 755. — Drucktechnische Papierprüfung. Graph. Betrieb 7 (1932) S. 1 bis 10. — Illustrationsdruck u. Papierqualität. Berlin: Verlag von Zellstoff und Papier.

<sup>4</sup> Herstellerfirma: R. Fueß, Berlin-Steglitz.

werden kann. Die Stempelbohrung steht durch einen Dreiwegehahn mit einer Unterdruckkammer in Verbindung, an dem ein Quecksilbersteigrohr angeschlossen ist. Bei Herstellung der Verbindung zwischen Unterdruckkammer und Stempel strömt zwischen der zu prüfenden Papieroberfläche und dem Stempel die Außenluft um so schneller in das sonst vollkommen luftdichte System ein, je rauher die Papieroberfläche ist.

Als normale *Glättezahl* wird die Zeit des Eindringens von 10 cm<sup>3</sup> Außenluft bei einem mittleren Unterdruck von 0,5 kg/cm<sup>2</sup> ermittelt, entsprechend dem Absinken der Quecksilbersäule von 380 mm auf 360 mm.

Um die Meßdauer bei sehr glatten Papiersorten abzukürzen, wird durch Umlegen eines Hahnes ein kleinerer Luftbehälter eingeschaltet, der so bemessen ist, daß das 10fache Meßergebnis der normalen Glättezahl entspricht.

Nach Untersuchungen von BEKK<sup>1</sup> ist die Luftmenge, die durch den Papierfilz horizontal hindurchgeht, im Verhältnis zu der Luftmenge, die zwischen Papier und Metallstempel hindurchgesaugt wird, so gering, daß sie vernachlässigt werden kann. Auch soll die zwischen Papier- und Gummiabdichtung angesaugte und quer durch das Papier gehende Luftmenge nach Untersuchungen von BRECHT und STAEDEL<sup>2</sup> und von BEKK relativ so gering sein, daß sie bei der technischen Prüfung nicht berücksichtigt zu werden braucht. Für Messungen, bei denen es auf besondere Genauigkeit ankommt, empfiehlt BEKK<sup>1</sup>, die der Gummidichtung zugewandte Seite der Probe mit einem Gemisch von 4 Teilen Bienenwachs und 3 Teilen Terpentinöl zu behandeln, wobei darauf zu achten ist, daß das Wachs nicht bis zur anderen Papierseite durchschlägt.

Mit Rücksicht auf die Streuung, die in Abhängigkeit von der Glätte, Härte und einzelnen Unebenheiten (Knoten, Splitter u. ä. m.) mitunter erheblich sein kann, sind mindestens 10 Einzelversuche von jeder Seite des Papiers auszuführen. Die Ergebnisse sind getrennt nach beiden Seiten anzugeben.

Der BEKKsche Apparat hat sich insbesondere bei der Prüfung der Glätte von Druckpapier als geeignet erwiesen, da bei seiner Entwicklung auf den Druckvorgang bedacht genommen wurde.

In der Zahlentafel 38 sind einige von BRECHT und STAEDEL<sup>2</sup> bei der Untersuchung von Druckpapieren gefundenen Werte aufgeführt.

Zahlentafel 38. Glättezahlen verschiedener Druckpapiere.  
(Nach BRECHT und STAEDEL.)

Bezeichnung	Gewicht g/m <sup>2</sup>	Dicke mm	Glättezahl nach BEKK (min) Mittel aus 10 Einzelwerten
Maschinenglatte Offsetkarton . . . . .	220	0,26	0,027
Maschinenglatte Alfa-Druckpapier . . . . .	86	0,22	0,042
Maschinenglatte Kupferdruckkarton . . . . .	275	0,38	0,073
Maschinenglatte Kupferdruckkarton . . . . .	225	0,34	0,112
Maschinenglatte Werkdruckpapier . . . . .	150	0,20	0,195
Maschinenglatte Lichtpausroh papier . . . . .	105	0,14	0,225
Maschinenglatte Lithographie-Druckpapier . . . . .	103	0,16	0,227
Maschinenglatte Druckpapier . . . . .	80	0,12	0,335
Maschinenglatte Werkdruckpapier . . . . .	100	0,14	0,375
Leichtsatiniertes Druckpapier . . . . .	72	0,09	0,524
Maschinenglatte Druckpapier . . . . .	100	0,12	0,594
Maschinenglatte Druckpapier . . . . .	47	0,08	0,98
Maschinenglatte Druckpapier . . . . .	78	0,10	1,11
Satiniertes Bücherpapier . . . . .	105	0,10	2,59
Satiniertes Druckpapier . . . . .	70	0,06	13,7
Satiniertes Illustrationsdruck . . . . .	80	0,07	15,4
Gestrichenes Papier . . . . .	135	0,12	24,7
Satiniertes Illustrationsdruck . . . . .	100	0,08	26,6
Satiniertes Autotypiedruck . . . . .	86	0,07	32,0

<sup>1</sup> BEKK: Paper Trade J. Bd. 99 (1934) Nr. 18, S. 31. — Papierfabrikant **33** (1935) S. 30.

<sup>2</sup> BRECHT u. STAEDEL: Zellstoff u. Papier **11** (1931) S. 679.

Das Meßprinzip des BEKKSchen Glätteprüfers ist mit gewissen Abänderungen verschiedentlich im Ausland übernommen worden, so bei den Apparaten von CAMPBELL und MASTER<sup>1</sup>, WILLIAMS<sup>2</sup> und BENDTSEN<sup>3</sup>.

Bei dem Vorschlag von BENDSEN erfolgt die Messung des Luftdurchganges zwischen der Papieroberfläche und einer schmalen Kante an Stelle einer glatt geschliffenen Fläche. Dadurch sollen bei der Messung die Vertiefungen der Papieroberfläche, in die die Farbe beim Druckprozeß nicht eindringen kann, erfaßt werden.

#### 4. Beurteilung der Glätte aus der Oberflächenstruktur bei schwacher Vergrößerung und Schräglicht.

Um Glätteunterschiede bildlich darstellen und bei mangelnder Glätte Rückschlüsse auf die Ursache ziehen zu können, haben BRECHT und STAEDEL<sup>4</sup> in Zusammenarbeit mit den Optischen Werken Seibert in Wetzlar ein Gerät (Abb. 222) durchgebildet, das die Betrachtung und photographische Aufnahme

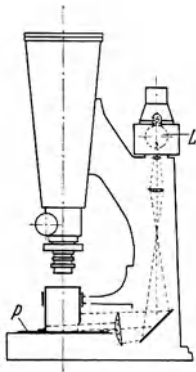


Abb. 222. Schräglicht-Oberflächenprüfer nach BRECHT und STAEDEL (Seibert, Wetzlar).

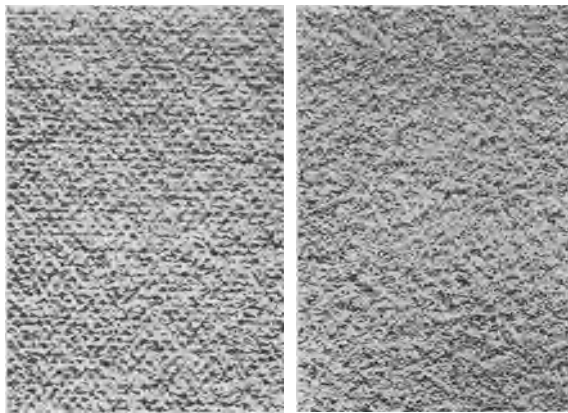


Abb. 223. Oberflächenstruktur von Kupferdruckpapier bei Schräglichtbetrachtung. Siebseite—Oberseite. (Nach BRECHT und STAEDEL.)

der Oberfläche von Papier unter einem Lichteinfall von  $4^\circ$  bei 3facher Vergrößerung gestattet.

Die Abb. 223 ist ein Beispiel für die unterschiedliche Glätte zwischen Sieb- und Oberseite eines Kupferdruckpapiers infolge Siebmarkierung.

#### 5. Beurteilung der Glätte nach dem Glanz.

Die Glätte von Papier wird vielfach nach dem Glanz (s. S. 263 f.) beurteilt. Dies ist jedoch nicht ohne weiteres zulässig, da der Glanz nur in bedingtem Maße von der Glätte abhängig ist.

Man muß sich eine Oberfläche mosaikartig aus kleinsten Elementarteilchen zusammengesetzt denken. Eine ideal glatte Fläche würde dann vorliegen, wenn sämtliche Elementarteilchen in einer mathematischen Ebene liegen. In diesem Falle würde das auf die Oberfläche fallende Licht nur regelmäßig reflektiert werden. Je größer der Anteil der Elementarteilchen ist, die keine bevorzugte Richtung aufweisen, desto rauher ist die Oberfläche, und um so mehr ist neben regelmäßiger auch diffuse Reflexion vorhanden (Streuung des Glanzes). Da nun der Glanz wesentlich von der regelmäßigen Reflexion des Lichtes bedingt wird, steht er mit der Glätte in engem Zusammenhang; er ist jedoch nicht nur von der Reflexion,

<sup>1</sup> CAMPBELL u. MASTEN: Paper Trade J. Bd. 96 (1933) Nr. 23, S. 39.

<sup>2</sup> WILLIAMS: Paper Trade J. Bd. 98 (1934) Nr. 15, S. 41; Bd. 105 (1937) Nr. 8, S. 43.

<sup>3</sup> BENDTSEN: Papierfabrikant **37** (1939) S. 398.

<sup>4</sup> BRECHT u. STAEDEL: Papierfabrikant **30** (1932) S. 457.

sondern auch von anderen optischen Eigenschaften, wie Absorption und Durchlässigkeit abhängig. Deshalb sind Glanzzahlen für die Beurteilung der Glätte nicht unmittelbar maßgebend.

a) Nach SOMMER<sup>1</sup> lassen sich jedoch in gewissen Grenzen aus den *Glanzkurven* Rückschlüsse auf die Glätte der Oberfläche ziehen, und zwar aus dem Verhältnis ( $K$ ) der mittleren zur größten Glanzzahl, das eine Charakteristik des Glanzes hinsichtlich seiner Streuung darstellt, die wiederum von der Rauigkeit der Oberfläche abhängig ist. Demnach sind Oberflächen um so glatter, je kleiner  $K$  ist. Je rauher die Oberfläche ist, desto mehr nähert sich  $K$  dem Werte 1.

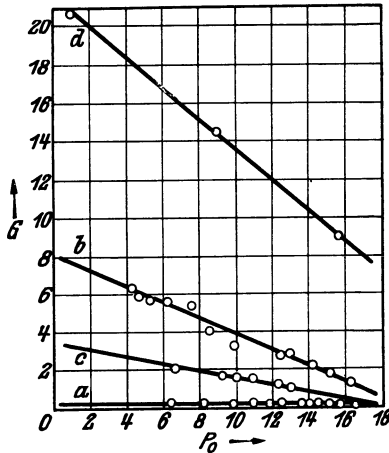


Abb. 224. Bestimmung der Glätte auf optischem Wege nach KLUGHARDT.  $G$  Glanzzahl;  $P_0$  Remissionsgrad der Probe in KLUGHARDTSchen Stufenwerten;  $a$  gestrichene Papiere (nicht satiniert);  $b$  gestrichene Papiere (satiniert);  $c$  OSTWALDSche Graukarten;  $d$  Glanzpapier.

b) In Erweiterung seines Glanzmeßverfahrens hat KLUGHARDT<sup>2</sup> einen anderen Vorschlag einer optischen Bestimmung einer Glättezahl gemacht. Die Glanzzahl ist infolge ihrer optisch-psychologischen Definition abhängig von der *Helligkeit* der Probe. Zur Gewinnung einer Glättezahl aus den Glanzzahlen muß also diese Abhängigkeit eliminiert werden. Nach KLUGHARDT hat man an Proben des gleichen Materials, aber verschiedener Helligkeit die Glanzzahlen zu messen und sie über dem logarithmischen Maßstab der Helligkeit aufzutragen (s. S. 265). Es ergibt sich dann eine Gerade, deren Lage und Steigung für die Glätte des Materials charakteristisch ist (Abb. 224). Die Maßzahl für die Glätte wird aus der Glanzzahl  $G_7$  für die Probenhelligkeit  $h=0,1$  (Normalweiß = 1,0) und der Steigung  $G_0 - G_7$  ( $G_0$  = Glanzzahl bei der Helligkeit 1,0) durch Multiplikation beider Zahlen errechnet. KLUGHARDT fand nach diesen Verfahren bei der Untersuchung einiger Papiere die in Zahlentafel 39 zusammengestellten Ergebnisse.

Zahlentafel 39. Glättezahlen nach KLUGHARDT.

Probe	$G_7$	$G_0 - G_7$	Glättezahl
Gestrichenes Papier, nicht satiniert. . . . .	0,15	0	0
Tauchpapier . . . . .	1,1	0,5	0,55
OSTWALD-Graukarten (Farbatlas) . . . . .	2,1	1,9	4,0
Gestrichenes Papier, satiniert . . . . .	5,1	4,2	21,4
Glanzpapier . . . . .	16,0	8,0	128
Kronglas, geschliffen und poliert . . . . .	19,4	9,4	182

Das Verfahren kann angewendet werden bei der Prüfung von photographischen Papieren, bei denen die verschiedenen Helligkeitsstufen durch Belichtung leicht herstellbar sind, und von stark lichtdurchlässigen Papieren, bei denen die Helligkeitsstufen durch verschieden helle Unterlagen (matte Graupapiere) erzeugt werden können.

Auch auf andere Weise ist versucht worden, mittels der Glanzerscheinung auf die Glätte zu schließen. Diesen Zweck verfolgten insbesondere die Arbeiten von KEMPF und FLÜGGE<sup>3</sup>, die einen visuell oder photographisch arbeitenden Glanzmesser ausgearbeitet haben. Mit dem Gerät soll vor allem der Streuglanz erfaßt werden, der für die Rauigkeit einer Fläche besonders von Interesse ist. Der „Streuglanz“ stellt die durch die kleinen Unebenheiten der Fläche hervorgerufene Verbreiterung der Spiegelspitze dar, die bei einem Spiegel bei Beobachtung aus der Reflexionsrichtung in aller Schärfe wahrnehmbar sein würde.

<sup>1</sup> SOMMER, H.: Wbl. Papierfabr. **62** (1931) S. 24 u. 44.

<sup>2</sup> KLUGHARDT, A.: Papierfabrikant **31** (1933) S. 697.

<sup>3</sup> KEMPF, R. u. J. FLÜGGE: Z. Instrumentenkde. **49** (1929) S. 1.

### XIII. Optisch-photometrische Prüfungen<sup>1</sup>.

#### 1. Allgemeines.

Die Prüfung des Papiers hinsichtlich seiner *lichttechnischen Eigenschaften* ist in vielen Fällen erwünscht. Von diesen Eigenschaften steht die *Lichtdurchlässigkeit* wohl an erster Stelle, daneben interessiert oft (vor allem als Gütemaß) der *Weißgrad*, seltener die *Farbe* und der *Glanz*. Sobald für die Beurteilung dieser Eigenschaften bewertende Maßzahlen gefordert werden — und dies ist in immer steigendem Maße der Fall —, reicht das bloße Betrachten der Proben nicht aus, sondern muß durch geeignete photometrische Prüfverfahren ersetzt werden.

Bei der Auswahl der Prüfverfahren ist maßgebend, ob das Verfahren wirklich die zu bewertende Eigenschaft erfaßt oder etwa eine andere, ihr nur im Regelfalle parallel laufende Eigenschaft (wie z. B. bei der Glättebestimmung durch Glanzmessung). Oft genug ergibt sich auch, daß bei vorgeschlagenen Verfahren eine ganz andere Eigenschaft gemessen wird als die, um deren Bewertung es sich eigentlich handelt. Gerade auf dem Gebiet der Prüfung der lichttechnischen Eigenschaften des Papiers herrscht in dieser Beziehung noch manche Unklarheit, woraus sich zum Teil die Fülle der hier vorgeschlagenen Verfahren erklärt.

In der Entwicklung der Meßtechnik der lichttechnischen Eigenschaften hat sich in den letzten Jahren in steigendem Maße die Verwendung der *lichtelektrischen Zellen* eingebürgert. Die Unabhängigkeit dieses Meßorgans von persönlichen Einflüssen und die bessere Reproduzierbarkeit der Ergebnisse lassen dies verständlich erscheinen. Es ist jedoch — besonders hinsichtlich des Vergleiches lichtelektrisch gewonnener Ergebnisse gegen *visuell* gemessene Werte — nötig darauf hinzuweisen, daß eine Übereinstimmung beider Arten von Meßergebnissen nur erwartet werden kann, wenn die spektrale Empfindlichkeit der Zellenanordnung der des menschlichen Auges entspricht, wenn also die *spektrale Zellenempfindlichkeit* durch geeignete Mittel richtig an die *spektrale Hellempfindlichkeit des Auges* angepaßt ist. (Letztere kann für die hier in Frage kommende Meßgenauigkeit bei normalfarbensichtigen Beobachtern und unter normalen Meßbedingungen, d. h. vor allem bei Helladaptation, als konstant angesehen werden.) Da jedoch eine richtige Anpassung der Zellenempfindlichkeitskurve an die Hellempfindlichkeitskurve nicht einfach durchzuführen ist, muß man meist die erheblichen Unterschiede zwischen spektraler Zellempfindlichkeit und Augenempfindlichkeit in Kauf nehmen; ein Vergleich objektiv und subjektiv gemessener Werte ist dann ebensowenig möglich, wie der Vergleich der Meßergebnisse, die mit lichtelektrischen Instrumenten verschiedener Bauart gewonnen worden sind. Aus diesem Grunde werden auch weiterhin die visuellen Verfahren trotz etwas größerer Umständlichkeit und mancher Unbequemlichkeit ihren Wert behalten, denn bei ihnen wird die Messung ja tatsächlich mit dem Organ durchgeführt, das auch in der Anwendung der Probe die Bewertung vornimmt, nämlich mit dem Auge. Daß bei den visuellen Messungen das Auge helladaptiert sein muß, sei auf Grund der Erkenntnisse der allgemeinen photometrischen Praxis hier nur nochmals kurz betont.

Oft wird auch nicht beachtet, daß die gefundenen lichttechnischen Werte von der Lichtquelle abhängen, mit der die Untersuchungen angestellt werden. Handelt es sich um „weiße“ Proben, so wird der Einfluß der Lichtfarbe bei Papieren meist zu vernachlässigen sein; aber bereits bei farbig getönten Papieren wird sich die Art der Lichtfarbe im Meßergebnis deutlich auswirken, bei ausgesprochen farbigen Papieren natürlich erst recht. Man wird sich daher in solchen Fällen auf bestimmte Beleuchtungsarten beziehen müssen, wie sie z. B. in der Farbmessung festgelegt sind (vgl. Abschnitt 5).

<sup>1</sup> Bearbeitet von Dozent Dr.-Ing. habil. MANFRED RICHTER, Berlin-Dahlem.



Inwieweit hinsichtlich der Benutzung von Meßorganen mit anderer spektraler Empfindlichkeit als der des Auges und beliebiger Lichtquellen bei reinen *Vergleichsmessungen* die hier dargelegten Bedenken vernachlässigt werden können, hängt von der Art der Verschiedenheit der Proben untereinander ab und muß von Fall zu Fall besonders geprüft und erwogen werden.

## 2. Lichtdurchlässigkeit und Lichtstreuung.

Unter Lichtdurchlässigkeit wird in der Praxis der Papierprüfung nicht immer einheitlich dasselbe verstanden, noch viel weniger das gleiche gemessen. Neben der reinen Lichtdurchlässigkeit, nämlich dem Verhältnis des durchgelassenen zum auffallenden Lichtstrom, werden noch verschiedene andere Funktionen bestimmt, die durch die Reflexion und die Lichtstreuung beeinflusst werden. So ist das *Durchscheinen* einer unter dem Papierblatt liegenden Fläche

außer vom Durchlaßgrad vom Reflexionsgrad abhängig, die Lesbarkeit einer Schrift durch ein „transparentes“ Papierblatt vom *Durchlaßgrad*, vom *Reflexionsgrad* und dem *Streuvermögen* beeinflusst.

Die Abb. 225 möge veranschaulichen, was beim Lichteinfall auf eine ebene Papierfläche eintritt. Dabei sind verschiedene Fälle der Papierbeschaffenheit berücksichtigt.

Es sei zunächst die *Durchlässigkeit* betrachtet. Im Falle a fällt der Lichtstrahl auf eine klar durchsichtige Folie auf (etwa Cellophan), das durchfallende Licht hat seine Richtung nicht geändert. Fall b stellt ein Blatt

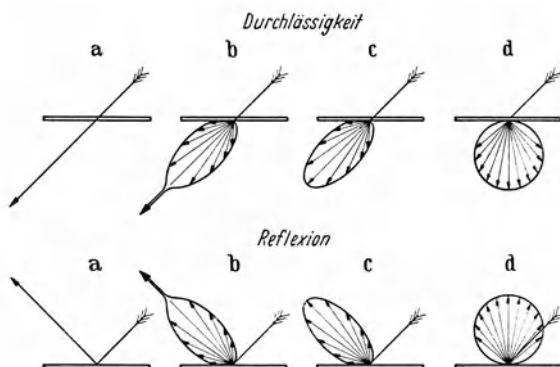


Abb. 225. Verschiedene Arten von Durchlassung und Rückwurfung des Lichtes. a gerichtet (Idealfall); b gemischt (mit großem gerichtetem Anteil); c gemischt (vorwiegend zerstreut); d zerstreut (vollkommene Streuung).

mit geringerer Durchsichtigkeit dar (etwa Pergaminpapier); man erkennt, daß zwar ein Teil des Lichtes in seiner alten Richtung hindurchgetreten, ein anderer Teil jedoch gestreut worden ist. Im Fall c (etwa Pauspapier) überwiegt die *Streuung*, so daß die Richtung des einfallenden Lichtes nur noch aus der Gestalt der Streufigur erkannt werden kann. Schließlich ist im Falle d die Streuung vollkommen, d. h. das durchtretende Licht breitet sich unabhängig von der Eintrittsrichtung nach allen Seiten gleichmäßig aus. Ein solches Papier sieht im durchfallenden Lichte aus allen Richtungen der der Lichtquelle abgewandten Seite gleich hell aus, während die Fälle a bis c ein mehr oder weniger ausgeprägtes Maximum der Helligkeit in der Richtung des einfallenden Lichtes zeigen (d. h. man erkennt in diesen Fällen die Lage der Lichtquelle durch das Papier hindurch deutlich, im Falle b ist sogar die Gestalt der Lichtquelle in groben Zügen erkennbar, im Falle a ist sie natürlich ungestört wahrnehmbar).

Das gleiche spielt sich nun auch beim *Lichtrückwurf* ab. Nur die Bezeichnungen ändern sich. Fall a, die spiegelnde Fläche, tritt bei Papieren praktisch nicht auf; Glanzpapier kommt ihm wohl am nächsten. Fall b gibt die stärker glänzenden Oberflächen (z. B. „matte“ Metallfolien usw.), Fall c gilt für die normalen glatten Papiere, die ja alle noch mehr oder minder schwächeren Glanz zeigen. Fall d ist der ideale Grenzfall der vollkommen matten Fläche, der etwa durch Fließpapier näherungsweise erreicht wird.

Reflexion und Durchlässigkeit treten stets gemeinsam an Papieren auf, nicht, wie hier in Abb. 225 der Übersichtlichkeit wegen gezeichnet, als getrennte Eigenschaften. Das Verhältnis beider Eigenschaften ist freilich von Färbung, Dicke, Oberflächenbeschaffenheit, Mahlungsgang usw. abhängig und schwankt in weiten Grenzen. Auch gehören die in Abb. 225 mit a bis d bezeichneten Fälle der Durchlässigkeit und Reflexion nicht unbedingt immer zusammen, wenn auch die allermeisten Papiere hinsichtlich beider Eigenschaften in die Gruppen b und c gehören.

Die Messung dieser Eigenschaften wird sich im allgemeinen nicht auf die vollständige Bestimmung der in Abb. 225 gezeigten Größen erstrecken können, weil dies für praktische Zwecke viel zu zeitraubend wäre. Immerhin muß man sich darüber klar sein, daß man

von den gebräuchlichen abkürzenden Meßverfahren nicht erwarten darf, daß sie ganz allgemeingültige Zahlen liefern. Auch erkennt man, daß man beispielsweise aus dem Durchlaßgrad, dem Verhältnis vom durchgelassenen zum auffallenden Lichtstrom, nichts über die Durchsichtigkeit etwa erfahren kann, weil die letztere vor allem vom Streuvermögen abhängt.

a) **Durchlaßgrad.**  $\alpha$ ) Der Durchlaßgrad ist gemäß seiner Definition als Verhältnis des durchgelassenen zum auftreffenden Lichtstrom zu messen. Von den vielen Möglichkeiten der Art des Auftreffens des Lichtes sind die beiden Fälle des *senkrecht* und des *allseitig* auffallenden Lichtstromes die wichtigsten. Will man den gesamten durchgelassenen Lichtstrom erfassen, muß man die Probe in die Öffnung eines innen weiß gestrichenen Hohlraumes, z. B. einer sog. ULBRICHTSchen Kugel von nicht zu kleinem Durchmesser, setzen und eine Stelle der Kugelwand anphotometrieren, die durch einen Schatter gegen direktes Licht von der Probe abgeschirmt ist<sup>1</sup>. Abb. 226 zeigt die Meßanordnung für senkrecht auffallendes, gerichtetes Licht, Abb. 227 die Anordnung für allseitig auffallendes Licht, das hier von der Kugel 8 und den Glühlampen 10 erzeugt wird.

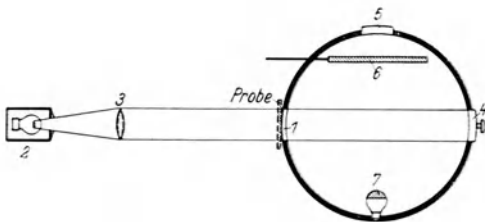


Abb. 226. Bestimmung der Lichtdurchlässigkeit bei gerichtetem Lichteinfall nach DIN 5032. 1 Kugelintrittsöffnung; 2 Lichtquelle; 3 Kollimatorlinse; 4 verschließbare Kugelloffnung; 5 Meßfenster; 6 Schatter; 7 Hilfslampe zur Ausschaltung des Fremdkorpereinflusses.

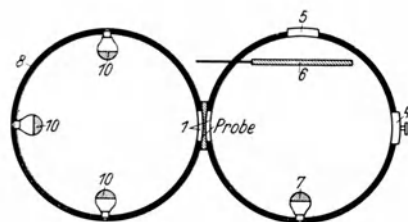


Abb. 227. Bestimmung der Lichtdurchlässigkeit bei diffusem Lichteinfall nach DIN 5032. 1 bis 7 wie in Abb. 226; 8 Beleuchtungskugel; 10 Glühlampen.

In der Papierprüfung haben sich diese Meßanordnungen nicht allgemein eingeführt, wie überhaupt die Erkenntnisse der lichttechnischen Betrachtungsweise erst langsam in die Praxis der Papierindustrie einzudringen beginnen.

$\beta$ ) Früher hat man die Lichtdurchlässigkeit vielfach nach dem Verfahren von KLEMM<sup>2</sup> bestimmt, das als Kriterium das Verschwinden eines Lichteindruckes benutzt, ein Verfahren, dem schwere meßtechnische Mängel anhaften und das daher heute nicht mehr Verwendung finden sollte, zumal der damit definierte „Lichtdurchlässigkeitswert“ im optisch-technischen Sinne mit den sonst üblichen Definitionen von Durchlässigkeit, Absorption, Extinktion usw. nicht vereinbar ist<sup>3</sup>. KLEMM beobachtet nämlich im dunklen Raume eine auf die Lichtstärke 1 HK eingestellte Hefnerlampe durch ein Rohr. In dieses Rohr werden etwa 9 cm von der Flamme entfernte Blättchen des zu untersuchenden Papiers in den Strahlengang gestellt. Der Kehrwert der Zahl der Blätter, die gerade erforderlich ist, um jeden Lichtschein von der Lampe abzublenden, wird als „absoluter Durchlässigkeitswert“ genommen ( $K = 1 : n$ )<sup>4</sup>. Zur Berechnung des „relativen Durchlässigkeitswertes“, den man auf das Quadratmetergewicht oder die Dicke beziehen kann, ist die ermittelte Blättchenzahl  $n$  mit dem Quadratmetergewicht (in g) oder mit der Dicke (in mm) zu multiplizieren. Der „relative Durchlässigkeitswert“ gibt dann an, welches Quadratmetergewicht oder welche Dicke das Papier haben müßte, um im KLEMMschen Apparat gerade völlig verdunkelnd zu wirken.

<sup>1</sup> Näheres über die einschlägigen Meßverfahren im lichttechnischen Schrifttum, z. B. R. SEWIG: Handbuch der Lichttechnik, S. 348ff. Berlin: Springer 1938; ferner W. ARNDT: Praktische Lichttechnik. Berlin: Union-Verlag 1938. Vgl. ferner: H. J. HELWIG: Arch. techn. Messen V 460—462 u. ff. Über den Innenanstrich von ULBRICHTSchen Kugeln vgl. Normblatt DIN 5032.

<sup>2</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. 34 (1903) S. 2108.

<sup>3</sup> Vgl. H. RESS: Optische Studien an Zellstoffen. Diss. T. H. Dresden 1933, S. 10ff.

<sup>4</sup> Je größer die tatsächliche Durchlässigkeit ist, desto mehr Blättchen müssen eingelegt werden, um so kleiner (!) wird also der KLEMMsche „absolute Durchlässigkeitswert“.

γ) Gegenüber diesem in keiner Weise haltbaren Meßverfahren hat RESS<sup>1</sup> ein Meßverfahren angegeben, das unter Benutzung des bekannten PULFRICH-Photometers (C. Zeiß, Jena) immerhin eine brauchbare Annäherung an die Meßwerte des Durchlaßgrades ergibt, die nach der lichttechnisch exakten Methode gewonnen werden.

Die Meßanordnung zeigt Abb. 228 schematisch; das von  $L$  ausgehende Licht fällt, einigermaßen parallel gerichtet, senkrecht auf eine Opalglasscheibe  $M$  auf, die weiß und etwa 3 mm stark sein soll (massives Milchglas, nicht Überfangglas!). Dadurch wird erreicht, daß das Licht hinter der Opalscheibe in guter Annäherung als vollkommen gestreut anzusehen ist. Unmittelbar an die Opalscheibe anliegend wird die Probe  $P$  in den Strahlengang gebracht und das Photometer  $Ph$  auf eine genau definierte Entfernung herangeschoben. Da gleichzeitig die Vorderseite der Opalscheibe gegen Beleuchtung durch Fremdlicht geschützt werden muß, erweisen sich die Zwischenrohre, die zum PULFRICH-Photometer geliefert werden, als besonders geeignet zur Sicherung des definierten Abstandes zwischen Opalscheibe und Photometer. Zweckmäßig benutzt man die 60 mm-Rohre, die in Abb. 228 mit  $Z$  bezeichnet sind. Die Innehaltung eines bestimmten, in den Meßbedingungen ein für allemal festzulegenden Abstandes ist deshalb notwendig, weil trotz diffuser Beleuchtung das durch die Probe hindurchtretende Licht je nach dessen Streueigenschaften doch noch eine verschiedene räumliche Lichtverteilung zeigt, deren Einfluß gänzlich auszuschalten nur

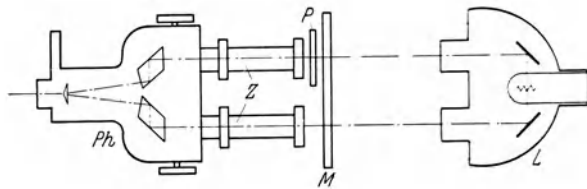


Abb. 228. Meßanordnung für die angenäherte Bestimmung der Lichtdurchlässigkeit mit dem PULFRICH-Photometer.  $L$  Photometerlampe;  $M$  Massiv-Opalglasscheibe;  $Z$  Zwischenrohre;  $P$  PULFRICH-Photometer;  $P$  Probe.

gelänge, wenn man durch eine ULBRICHSche Kugel den gesamten durchtretenden Lichtstrom auffangen und zur Messung bringen würde. Da dies jedoch apparativ recht umständlich wird, begnügt man sich mit Relativwerten, die durch genaue Innehaltung der Meßbedingungen reproduzierbar gemacht werden und die in um so besserer Übereinstimmung mit den exakten

Werten stehen, je stärker die Papiere das Licht streuen. Es hat sich übrigens als zweckmäßig erwiesen, nicht nur eine Opalscheibe zu benutzen, sondern zwei, zwischen die bei der Messung die Papierprobe gelegt wird. Die beiden Opalscheiben werden unmittelbar aufeinandergelegt und müssen an den Zwischenrohren  $Z$  gut anliegen. Die Messung selbst erfordert zunächst die Justierung der Anordnung so, daß bei gleicher Stellung beider Meßtrommeln (etwa auf 100,0) die beiden Gesichtsfeldhälften des PULFRICH-Photometers gleich hell erscheinen. Erst dann wird die zu messende Probe in den Strahlengang gebracht und die Messung durch Drehung derjenigen Meßtrommel ausgeführt, die zu dem frei gebliebenen Strahlengang gehört, bis die Gesichtsfeldhälften jetzt wieder gleich hell erscheinen. Die nun an der Meßtrommel abzulesende Zahl gibt den Durchlaßgrad, wenn die andere Meßtrommel inzwischen auf 100,0 gestanden hat. Diese Einstellung wird einige Male wiederholt (etwa 3- bis 5mal), dann wird die Probe in den anderen Strahlengang (vor die andere Meßtrommel) gebracht und die Messung in der gleichen Weise wie oben, jedoch unter Betätigung der anderen Meßtrommel, ebenso oft gemacht. Aus allen 6 bis 10 Ablesungen wird das Mittel gebildet, das einen brauchbaren Näherungswert an den Durchlaßgrad  $\tau$  für die betreffende Probe darstellt.

Beim Vergleich von Papieren mit verschiedener Dicke  $d$  [mm] ist oft die Reduktion auf eine einheitliche Papierdicke (z. B. 0,1 mm) nötig. Dieser relative Durchlaßgrad  $\tau_{0,1}$  ist, wie eine kleine Überlegung mittels des LAMBERT-BEERSchen Gesetzes zeigt,  $\tau_{0,1} = \tau_d^{0,1/d}$ . Bei Reduktion auf gleiches Quadratmetergewicht (etwa 1 g/m<sup>2</sup>) ergibt sich aus dem an Papieren mit dem Quadratmetergewicht  $Q$  gemessenen Durchlaßgrad  $\tau_1 = \tau_Q^{1/Q}$ .

<sup>1</sup> RESS, H.: Optische Studien an Zellstoffen. Diss. T. H. Dresden 1933. — Siehe auch Papierfabrikant 32 (1934) Nr. 33, 35, 36, 38, 39, 42, 43, 44, 49.

Die von MICOUD<sup>1</sup> angegebene Reduktionsformel ist nicht richtig (RESS<sup>2</sup>).

δ) Grundsätzlich ebenso wie die beschriebene PULFRICH-Photometeranordnung nach RESS arbeitet das schon länger bekannte Gerät nach MAXIMOWITSCH<sup>3</sup>, das jedoch als Photometer ein MARTENS-Polarisationsphotometer (F. Schmidt u. Haensch, Berlin) benutzt (Abb. 229). Zunächst wird das Gerät so justiert, daß der Zeiger auf 45° steht, wenn beide Gesichtsfeldhälften gleich hell erscheinen; sodann wird das Papier eingelegt und wieder auf gleiche Helligkeit der beiden Gesichtsfeldhälften eingestellt. Der hierbei eingestellte Winkel  $\alpha$  wird abgelesen und der Wert  $\tau = \operatorname{tg}^2 \alpha$  aus einer Tabelle oder am Rechenschieber<sup>4</sup> abgelesen.

ε) In vielen Fällen interessiert den Papierfachmann jedoch viel weniger der eigentliche Durchlaßgrad als vielmehr die Eigenschaft eines Papierblattes,

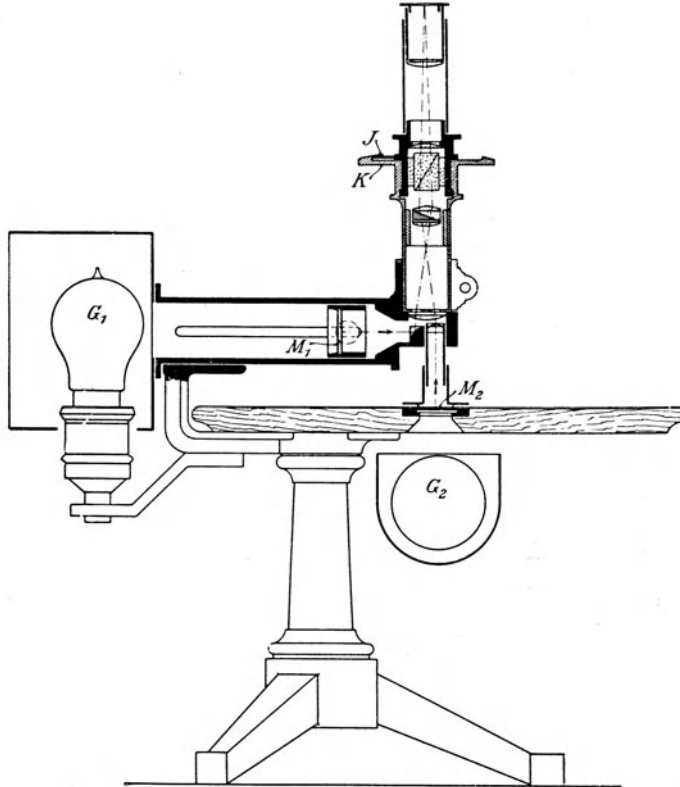


Abb. 229. Lichtdurchlassigkeitsprüfer nach MAXIMOWITSCH.

die Reflexionsverhältnisse der Unterseite oder Unterlage durch das Papierblatt hindurch mehr oder weniger erkennen zu lassen; meist ist es unerwünscht, wenn Druck oder Schrift durch ein Blatt hindurchscheint. Zur zahlenmäßigen Erfassung *dieser* Eigenschaft hat man verschiedene Vorschläge gemacht, deren wichtigster darin besteht, das scheinbare Reflexionsvermögen des Papierblattes einmal bei vollkommen weißer Unterlage und das andere Mal über vollkommenem Schwarz zu messen. Man erkennt, daß hierbei nicht nur der Durchlaßgrad, sondern auch der Reflexionsgrad der Oberfläche in die Messung eingeht.

<sup>1</sup> MICOUD, H.: Papier **33** (1931) S. 38.

<sup>2</sup> RESS, H.: Optische Studien an Zellstoffen. Diss. T. H. Dresden 1933. — Siehe auch Papierfabrikant **32** (1934) Nr. 33, 35, 36, 38, 39, 42, 43, 44, 49.

<sup>3</sup> MAXIMOWITSCH: Papierztg. **34** (1909) S. 2272.

<sup>4</sup> Normaler Rechenschieber oder Spezialrechenstab nach RICHTER [Z. techn. Phys. **13** (1932) S. 493].

Die Helligkeit  $m$  über Weiß (gegen das reine Weiß als Bezugsgröße gemessen) setzt sich zusammen aus dem unmittelbar zurückgeworfenen Anteil und dem durchgelassenen, an der weißen Unterlage zurückgeworfenen und wieder durchgelassenen Anteil; die Helligkeit über Schwarz ist  $n$ . SAMMET<sup>1</sup> hat nun vorgeschlagen, den Wert  $m - n = \frac{\tau^2}{1 - \rho}$  als Maß für die „Lichtdurchlässigkeit“ zu nehmen. Auch der Bruch  $\frac{m - n}{m + n}$  ist vorgeschlagen worden<sup>2</sup>, der als „Transparenz“-Maß dienen soll:  $\tau^* = \frac{m - n}{m + n}$ .

Schließlich wird auch der Wert  $\tau_c = n/m$  verwendet, der im amerikanischen Schrifttum als „contrast ratio“ bekannt ist<sup>3</sup>.

Als Maß für die *Undurchlässigkeit* für Druck und Schrift („printing opacity“) wird im amerikanischen Schrifttum<sup>4</sup> das Verhältnis  $n/h$  verwendet, wobei  $h$  das Reflexionsvermögen einer solchen dicken Schicht von Papierblättern ist, daß die Schicht lichtundurchlässig ist.

Zu unterscheiden von dem Durchscheinen der Unterlage oder des Druckes auf der Unterseite ist das Durchschlagen der Druckfarbe, die von den physikalischen Eigenschaften sowohl des Papiers als auch der Druckfarbe abhängt, insbesondere vom Widerstand, dem das Papier dem Eindringen der Farbe oder Tinte entgegengesetzt.

**b) Lichtstreuung.** Für die *genaue* Bestimmung der vom Papier verursachten Lichtstreuung ist die Aufnahme der *Lichtverteilungskurve* hinter dem Papier unerlässlich. Für Messungen dieser Art ist die lichtelektrische Zelle, vor allem auch das moderne Photoelement, mit Vorteil zu verwenden.

Für praktische Zwecke der Papierindustrie kommt jedoch eine solche Bestimmung kaum in Frage. Wenn nach der Lichtstreuung gefragt wird, dann wohl meist in Beziehung auf die Lesbarkeit einer Schrift durch das Papier hindurch oder die Schärfe einer Lichtpause, die ja durch das Zeichenpapier wesentlich beeinflusst ist. Allgemeingültige Regeln für die Prüfung dieser Eigenschaft („Durchsichtigkeit“, „Klarheit“) bestehen nicht. Man benutzt zur subjektiven Beurteilung am besten schwarze Druckschrift auf weißem Grund und bestimmt die Anzahl der Papierblätter, die übereinandergelegt das Erkennen der Schrift eben noch erlaubt. Dieses Verfahren ist natürlich nur für reine Vergleichsversuche geeignet, bei denen auf gleiche Bedingungen in allen Punkten geachtet werden muß, liefert also nur Relativwerte.

Das gilt auch für die Erkennbarkeit eines Schachbrettmusters durch die Papiere hindurch. Bei *Zeichenpapier* für Lichtpausen kann man auf das obere Blatt mit der Reißfeder einige scharfe parallele Tuschestriche ziehen und die Anzahl der zwischengelegten Papierblätter bestimmen, bei der auf der Lichtpause diese Striche eben noch getrennt erscheinen.

**c) Lichtdichtigkeit.** In manchen Fällen wird möglichst hohe Lichtdichtigkeit gefordert. Diese ist weit schwieriger zu beurteilen, weil es sich bei solchen Papieren, die meist schwarz gefärbt sind, um sehr geringe durchtretende Lichtströme handelt, die weder visuell noch lichtelektrisch bequem zu messen sind. Man kann sich ein qualitatives Urteil dadurch verschaffen, daß man das zu prüfende Papier vor einer gleichmäßig leuchtenden Fläche (z. B. Milchglas-scheibe) von etwa 50 : 50 cm so aufspannt, daß an den Seiten keinerlei Licht vorbeitreten kann. Aus 5 bis 10 m Entfernung betrachtet man das Papier, nachdem man sich mindestens 15 min im *völlig* verdunkelten Raum aufgehalten

<sup>1</sup> SAMMET, F.: Papierztg. **37** (1912) S. 2687.

<sup>2</sup> Gebrauchsanweisung zur Messung des Albedo mit dem PULFRICH-Photometer (Zeiß-Druckschrift Meß 430h/II).

<sup>3</sup> Specification of the transparency of paper and tracing cloth. Bur. Stand. Circular Nr. 63 (1917).

<sup>4</sup> Vgl. z. B. Instrumentation Studies XXX. Paper Trade J. Bd. 109 (1939) Nr. 4, S. 32.

hat, und versucht zu erkennen, ob eine zweite Person vor dem Papier Bewegungen ausführt. Der Milchglasscheibe werden dabei zweckmäßig nacheinander drei verschiedene Leuchtdichten (etwa 40, 100, 400 asb<sup>1</sup>) durch Zuschalten von Glühlampen erteilt.

Für Papier zum *Einschlagen von Photomaterialien* wird die Lichtdichtigkeit am besten durch Umhüllen der betreffenden lichtempfindlichen Schicht mit dem zu prüfenden Papier untersucht. Unmittelbar auf die Schicht kommt eine einfache Lage Papier, darauf oder darunter legt man ein Stück Metallfolie, die eine regelmäßige Figur auf der Schicht abdeckt. Das ganze setzt man längere Zeit dem Licht aus und entwickelt danach im Dunkeln. Bei ungenügender Lichtdichtigkeit wird sich auf der Schicht die Figur der Metallfolie als ungeschwärzt gegen eine wenn auch schwach belichtete Umgebung abheben.

**d) UV-Durchlässigkeit.** Eine gelegentlich interessierende Eigenschaft des Papiers ist die Durchlässigkeit für *ultraviolette Strahlung*. Ein bequemes abkürzendes Verfahren zur Ermittlung dieser Durchlässigkeit ist in Abb. 230 dargestellt (SOMMER und BECKER)<sup>2</sup>.

*L* ist darin eine geeignete Strahlungsquelle (Osram-Quecksilberdampf Lampe Type HgH 1000 in Blauglas), aus der vorwiegend langwelliges UV-Licht (vor allem der Wellenlänge 365 m $\mu$ ) austritt. Diese Strahlung regt die beiden Uranglasplatten *U* zu intensiver gelbgrüner Fluoreszenz an. Diese Fluoreszenz wird mit einem PULFRICH-Photometer *Ph* beobachtet. Damit nur das ausgesandte Fluoreszenzlicht ins Photometer gelangt, wird vor die Uranglasplatten *U* noch ein UV-Filter *F* (etwa Schottglas UG 1 [2 mm]) gestellt.

Die Einrichtung wird durch seitliches Verschieben der Lampe so justiert, daß bei gleicher Stellung der beiden Meßtrommeln des PULFRICH-Photometers die beiden Gesichtsfeldhälften gleich hell erscheinen. Wird dann in den einen Strahlengang die Papierprobe *P* gebracht — und zwar so dicht an die Uranglascheibe *U*, wie es das UV-Filter *F* erlaubt —, so tritt eine Verminderung der Fluoreszenzhelligkeit ein, die durch das Papier verminderten UV-Strahlung verhältnismäßig ist. Die verminderte Fluoreszenzhelligkeit kann gegen die auf der anderen Seite des Photometers unverändert gebliebene photometriert werden. Der an der Meßblende des PULFRICH-Photometers abgelesene Wert gibt unmittelbar die Durchlässigkeit des Papierblattes für die von der Lampe ausgesandte und durch das Filter hindurchtretende UV-Strahlung an. Die Meßanordnung, die bequem herzustellen ist, entspricht der bereits oben angegebenen Anordnung für die Messung der Lichtdurchlässigkeit nach RESS.

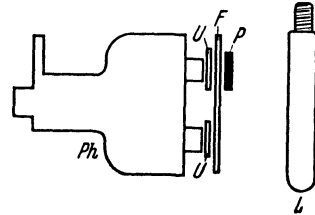


Abb. 230. Meßanordnung für die Bestimmung der UV-Durchlässigkeit mit dem PULFRICH-Photometer. *L* Quecksilberdampf Lampe (Osram HgH 1000 in Blauglas); *P* Probe; *F* UV-Filter; *U* Uranglasplatten; *Ph* PULFRICH-Photometer.

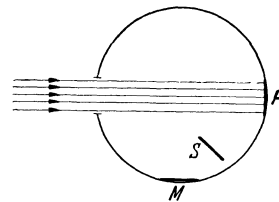


Abb. 231. Bestimmung des Reflexionsgrades nach DIN 5032.

### 3. Lichtrückwurfung und Weißgrad.

**a) Reflexionsgrad.** Die häufigste von einem Papier geforderte optische Eigenschaft ist ein gutes Reflexionsvermögen. Zur lichttechnisch einwandfreien Bestimmung des Reflexionsgrades<sup>3</sup> ist eine Meßanordnung gemäß Abb. 231 nötig.

Das Licht fällt senkrecht auf die Probe *P* auf, die einen kleinen Teil (etwa 1%) einer weißen Hohlkugel („ULBRICHTSchen Kugel“) ausmacht. Der gesamte von der Probe *P*

<sup>1</sup> 1 asb (Apostilb) ist die Leuchtdichte des zurückgeworfenen Lichtes, die eine vollkommen mattweiße Fläche ( $\rho = 1,0$ ) zeigt, wenn auf ihr die Beleuchtungsstärke 1 lx liegt (vgl. DIN 5031).

<sup>2</sup> SOMMER, H. u. J. BECKER: Papierfabrikant **31** (1933) S. 329.

<sup>3</sup> Vgl. A. DRESLER: Sondergeräte zur Messung lichttechnischer Materialeigenschaften. In SEWIG: Handbuch der Lichttechnik, S. 348—356. Berlin: Springer 1938.

in die Kugel zurückgeworfene Lichtstrom wird durch die Beleuchtungsstärken auf einer nicht unmittelbar von der Probe beleuchteten (durch den Schatter *S* abgeschatteten) Stelle *M* der Kugelwand gemessen.

Wird die Meßanordnung mit einer Probe von bekanntem Reflexionsgrad  $\varrho_s$  geeicht, so ist der Reflexionsgrad  $\varrho$  der Probe  $\varrho = \frac{\varrho_s E}{E_s}$ , wobei *E* die Beleuchtungsstärke in *M* ist, wenn die Probe eingesetzt ist und *E<sub>s</sub>* diejenige bei eingesetztem Standard ist. *E* und *E<sub>s</sub>* können visuell oder mit lichtelektrischen Zellen bestimmt werden; auf ihren Absolutwert kommt es dabei nicht an, so daß Relativmessungen „mit und ohne Probe“ genügen.

Ein modernes Gerät, das für diese Messung bestimmt ist, stellt das *Leukometer* (C. Zeiß, Jena) dar (Abb. 232 bis 234).

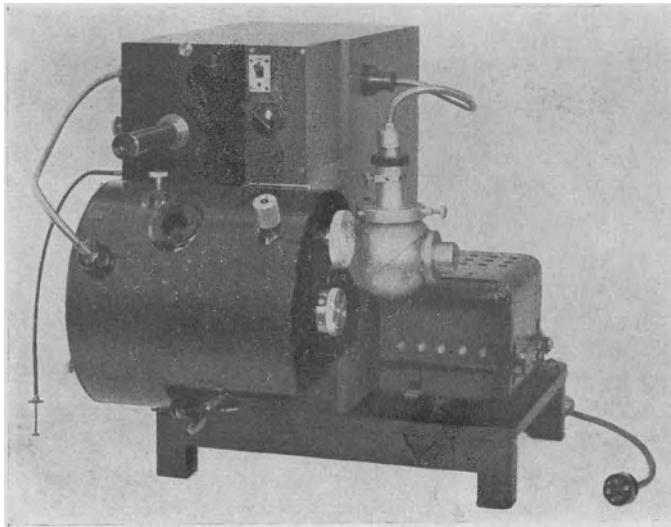


Abb. 232. Leukometer (C. Zeiß, Jena).

Abb. 233 zeigt, daß die Probe in der oben beschriebenen Weise senkrecht beleuchtet wird und das Licht in die Kugel zurückwirft. Ein stets gleicher Anteil des zurückgeworfenen Lichtes wird von einer Photozelle aufgenommen. Eine zweite Photozelle erhält ihre Beleuchtung in einer zweiten Kugel, deren Eintrittsöffnung durch eine verstellbare Meßblende geregelt wird. Die Lichtquelle beliefert beide Kugeln gleichzeitig mit Licht, so daß kleine Spannungsschwankungen unschädlich bleiben. Die beiden Photozellen arbeiten auf ein Fadenelektrometer (vgl. die Schaltung Abb. 234).

Die Meßanordnung wird zunächst so abgeglichen, daß das Elektrometer bei Erdung keinen Ausschlag zeigt, wenn die Meßblende auf einen Wert eingestellt ist, der den Reflexionsgrad der geeichten Vergleichsprobe angibt. Sodann wird die Vergleichsprobe gegen die Meßprobe ausgewechselt und das Gleichgewicht der Photoströme (erkennbar am Ausbleiben eines Ausschlages bei Erdung des Elektrometers) durch Veränderung der Meßblende wieder hergestellt. An der Meßblende ist dann unmittelbar der Reflexionsgrad abzulesen<sup>1</sup>. Für bestimmte Zwecke kann diese Messung auch unter Vorschaltung eines roten, grünen oder blauen Filters gemacht werden (s. unten).

Das Gerät, das speziell für Messungen an Papieren und Zellstoffen entwickelt worden ist, besitzt unzweifelhaft große Vorzüge vor anderen Geräten für den

<sup>1</sup> Die genaue Arbeitsvorschrift ist in der dem Gerät beigegebenen ausführlichen Gebrauchsanweisung zu finden.

gleichen Zweck. Zu beachten ist allerdings, daß die spektrale Photozellenempfindlichkeit sich so auswirkt, als ob die Messung mit dem Auge unter Vorschaltung eines Blaufilters gemacht wurde. Eigentlich müßten die Photozellen in ihrer spektralen Empfindlichkeit an die spektrale Hellempfindlichkeit des Auges angeglichen sein, wenn Ergebnisse erwartet werden, die mit der visuellen Beobachtung widerspruchsfrei zusammenstimmen. Jedoch wird der Fehler bei nicht oder nur schwach bunt getönten Papieren trotzdem unerheblich sein. Auf die Benutzung des Leukometers zur Bestimmung des Weißgrades wird noch unten einzugehen sein.

**b) Remissionsgrad.** Außer dem Reflexionsgrad wird in der Praxis zur Kennzeichnung der Lichtrückwerfung häufig auch der Remissionsgrad benutzt, der durch das Helligkeitsverhältnis (Leuchtdichteverhältnis) der Probe zu der des „reinen Weiß“ (Normalweiß, Barytweiß, MgO) unter gleichen Beleuchtungsverhältnissen und aus der Richtung der Flächennormalen, also senkrecht auf die Probe gesehen, definiert ist. Die Beleuchtung kann dabei gerichtet sein und wird üblicherweise dann unter  $45^\circ$  auf die Probe auffallen gelassen. Oder man verwendet allseitige Beleuchtung durch eine ULBRICHTsche Kugel.

Für *visuelle* Messungen beider Art ist ebenfalls das PULFRICH-Photometer besonders verbreitet. Für die Messung des Remissionsgrades bei gerichtetem, unter  $45^\circ$  auffallendem Licht wird das Gerät in der in Abb. 235 gezeigten Anordnung verwendet, während für die Messung bei allseitiger diffuser Beleuchtung das PULFRICH-Photometer durch eine U-Kugel zum „Kugelreflektometer“

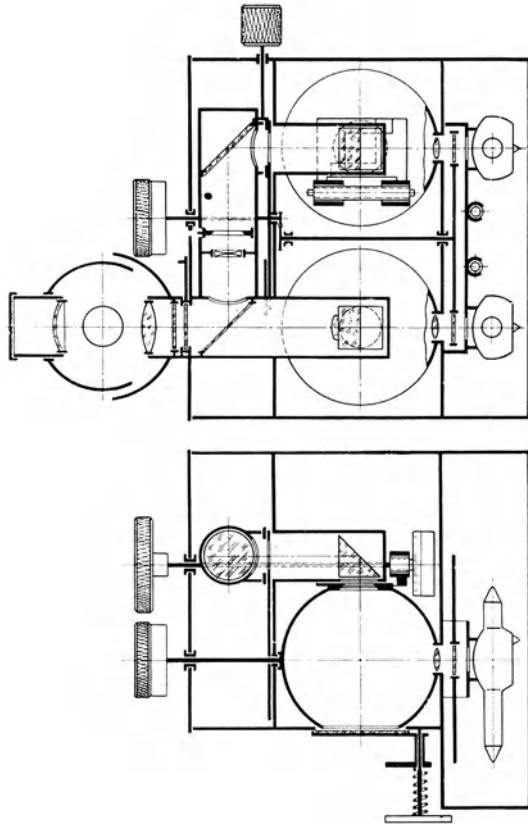


Abb. 233. Aufbau des Leukometers (C. Zeiß, Jena).

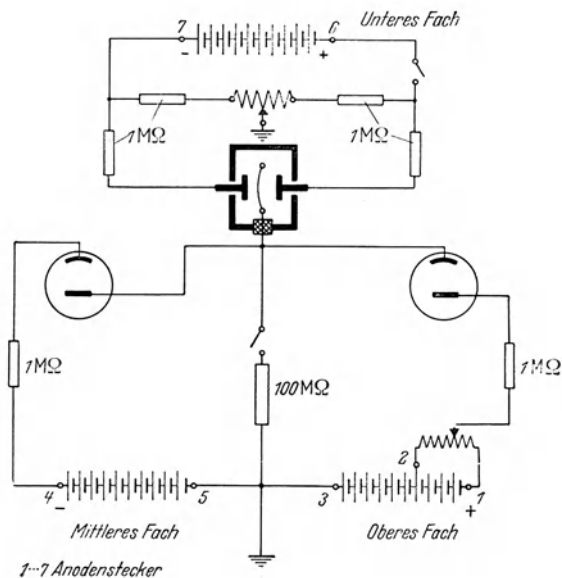


Abb. 234. Elektrische Schaltung im Leukometer.



(Abb. 236) ergänzt wird. Im ersten Falle wird die Anordnung so justiert, daß bei gleichen Trommelstellungen und beidseitig untergelegtem Normalweiß die

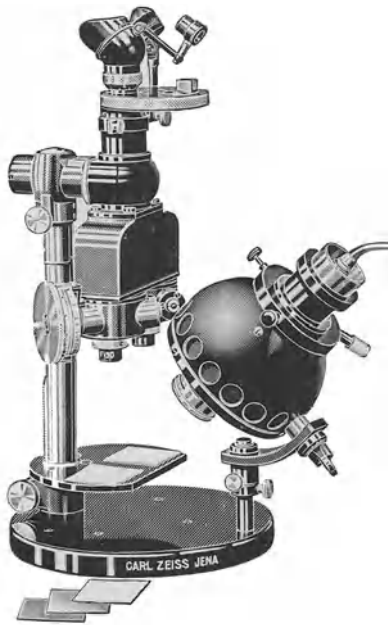


Abb. 235. PULFRICH-Photometer im Aufbau für Bestimmung des Remissionsgrades.

kasten oder Messung bei solcher Anzahl von Papierlagen, daß die Unterlage gerade ohne Einfluß bleibt (was jeweils experimentell zu ermitteln ist). Letztere

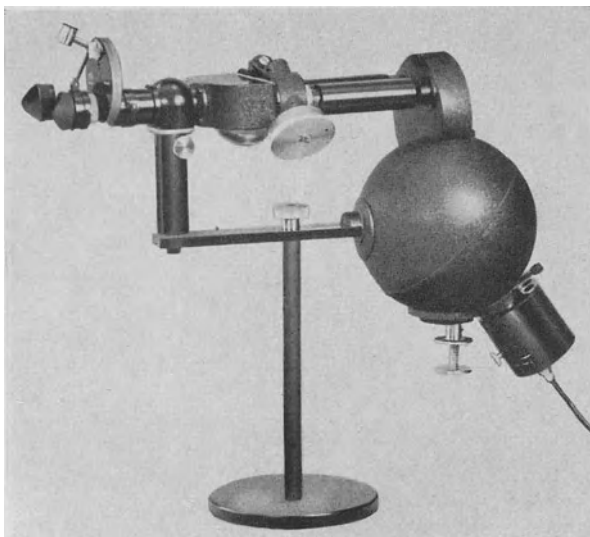


Abb. 236. PULFRICH-Photometer als Kugelreflektometer.

gelassen als ein Blaustich; es ist sogar zu beobachten, daß ein dunkleres, blaustichiges Papier als weißer beurteilt wird als ein helleres, aber dabei leicht

Gesichtsfeldhälften im Photometer gleich hell erscheinen. Die Trommelablesung bei untergelegter Probe gibt dann unmittelbar deren Remissionsgrad an. Bei der Kugelreflektometermessung ist eine derartige Justierung nicht immer möglich; man muß dann die Trommelablesung für eingelegtes Normalweiß durch eine Meßreihe bestimmen (das Mittel sei  $N$ ). Hat man in einer Meßreihe für die Probe nachher den Wert  $P$  im Mittel bestimmt, dann ist der Remissionsgrad  $100 \frac{P}{N}$ .

Erwähnt sei, daß für die Messung des Reflexionsgrades und des Remissionsgrades auch die verschiedenartigsten lichtelektrischen Meßgeräte im Handel sind, die in ihrer überwiegenden Mehrheit mit Photoelementen ausgerüstet sind, weil deren Photostrome bequem an Galvanometern abgelesen werden können.

Bei der Reflexions- und Remissionsmessung ist natürlich zu beachten, daß die Werte für lichtdurchlässige Papiere (und das sind die meisten) von der Unterlage abhängen, auf der sie bei der Messung liegen. Auch hier sind 3 Fälle üblich: Messung auf Normalweiß, auf schwarzem Samt bzw. über dem Schwarzkasten oder Messung bei solcher Anzahl von Papierlagen, daß die Unterlage gerade ohne Einfluß bleibt (was jeweils experimentell zu ermitteln ist). Letztere Meßart könnte man Messung bei der *kritischen Schichtdicke* nennen.

**c) Weißgrad.** Vom Reflexions- und Remissionsgrad ist jene Eigenschaft zu unterscheiden, die in gewissen Hersteller- und Verbraucherkreisen als „Weißgrad“ bezeichnet wird. Ein hoher *Weißgrad* ist nicht völlig gleichbedeutend mit hohem Reflexions- oder Remissionsgrad, sondern erfordert daneben noch Freiheit von einem Farbstich, d. h. von einer leicht bunten Tönung. Allerdings ist der Farbtone dabei nicht gleichgültig. Vor allem wird ein leichter Gelbstich viel weniger zu-

gelbstichiges Papier. Man kann die Weiße als den Grad der Annäherung an das „ideale Weiß“ definieren<sup>1</sup>, wobei aber der Begriff des „idealen Weiß“ in gewissem Sinne in den einzelnen Berufsgruppen etwas verschieden ist und wohl von dem reinsten Fertig- oder Rohprodukt beeinflusst wird<sup>2</sup>. Einer exakten Definition der Weiße stehen somit große Schwierigkeiten entgegen. Man kann daher, solange eine Definition dafür nicht allgemein anerkannt ist, die Richtigkeit von Meßverfahren nur an der Übereinstimmung mit der subjektiven Beurteilung durch sachverständige Beobachter prüfen<sup>3</sup>.

Bei der *visuellen Messung* des Weißgrades ist die Benutzung des PULFRICH-Photometers mit dem Kugelreflektometer (s. oben) üblich. Die Probe wird bei der kritischen Schichtdicke beobachtet. Um dem oben erwähnten Einfluß des Gelbstiches gerecht zu werden, wird durch ein Blaufilter (Filter K VI des PULFRICH-Photometers) hindurch photometrisch gemessen. Diese Meßzahlen, die im übrigen genau wie die entsprechenden Remissionswerte gewonnen werden, haben in den meisten Fällen befriedigende Übereinstimmung mit der subjektiven Beurteilung ergeben, wiewohl gelegentlich auch Abweichungen zu verzeichnen sind.

Neuerdings wird für die Weißgradbestimmung das oben beschriebene *Leukometer* (C. Zeiß, Jena) bevorzugt verwendet, verdankt es doch seine Entstehung gerade dieser Aufgabe, die in der Zellstoffindustrie gestellt worden ist. Die Werte, die mit dem oben beschriebenen, im Kugelreflektometer gewonnenen am besten (nämlich bis auf einen konstanten Faktor in der Nähe von 1,0) übereinstimmen, sind die Meßzahlen, die im Leukometer *ohne* Filter gemessen werden. Um jedoch der subjektiven Beurteilung noch näher zu kommen, wird empfohlen<sup>4</sup>, mit dem Blau- und dem Rotfilter zu messen. Bezeichnet man den mit dem Blaufilter gemessenen Wert mit  $B$ , den entsprechenden mit Rotfilter mit  $R$ , so soll die Zahl  $W = 2B - R$  am besten mit dem subjektiven Urteil der sachverständigen Beobachter übereinstimmen. Dieser Wert wird daher vorzugsweise zu verwenden sein. Freilich setzt die Gewinnung dieser Zahl das Vorhandensein des Leukometers voraus, da mit anderen Geräten selbst bei *ähnlicher* Meßanordnung infolge geometrischer und spektraler Verschiedenheiten mit Sicherheit auch andere Zahlenwerte erwartet werden müssen.

Schließlich sei hier erwähnt, daß auch Versuche vorliegen, den Weißgrad aus den Farbmaßzahlen abzuleiten. Doch dürften diese Versuche noch völlig in den Anfängen stecken.

#### 4. Glanzmessung.

Von den Lichtrückwurfseigenschaften hat neben dem Reflexionsgrad und dem Weißgrad der *Glanz* des Papiers von jeher besondere Beachtung gefunden. Der Glanzeindruck kommt zustande, wenn bei beidäugigem Betrachten von Oberflächen die zusammengehörigen Bilder eines Gegenstandes auf den beiden Netzhäuten der Augen von verschiedener Helligkeit sind, ferner wenn ein Spiegelbild der beleuchtenden Leuchtquelle (meist zwar sehr verwaschen und verzerrt) auf der betrachteten Fläche wahrgenommen wird oder wenn bei mäßig schneller Änderung der Beobachtungsrichtung ein Wechsel der „Helligkeit“ der Oberfläche wahrgenommen wird. Dies sind Zeichen dafür, daß der in Abb. 225 b und c gezeichnete Fall einer nicht vollständigen Streuung des Lichtes bei der Rückwurfung vorliegt, während Abb. 225 d die ideale, vollständige Streuung darstellt, also das Verhalten einer ideal „matten“, also „glanzlosen“ Oberfläche

<sup>1</sup> MCADAM, D. L.: J. opt. Soc. Amer. **24** (1934) S. 188—191.

<sup>2</sup> JUDD, D. B.: Paper Trade J. **100** (1935) Nr. 21, S. 40; **103** (1936) Nr. 8, S. 38.

<sup>3</sup> HANSEN, G.: Zellstoff u. Papier **18** (1938) S. 393.

<sup>4</sup> Vgl. z. B. G. HANSEN: Zellstoff u. Papier **18** (1938) S. 393.

wiedergibt. Von einer glänzenden Oberfläche wird also ein Teil des Lichtes diffus, ein anderer Teil gerichtet zurückgeworfen.

Daher wäre zur Glanzkennzeichnung die Messung der räumlichen Verteilung des zurückgeworfenen Lichtes erforderlich. Derartige Messungen sind jedoch bisher in der Praxis infolge ihrer Umständlichkeit vermieden worden. Vielmehr hat man versucht, entsprechend dem Wesen der Glanzwahrnehmung, die durch einen gleichzeitigen oder zeitlich dicht nacheinander liegenden Helligkeitskontrast zustande kommt, dieses Kontrastverhältnis unmittelbar zu messen und das Ergebnis als Maßzahl des Glanzes zu verwerten.

a) Eine völlig matte Fläche sieht bei konstant gehaltener Beleuchtung aus allen Beobachtungsrichtungen gleich hell aus; zeigt eine Fläche in verschiedener Richtung verschiedene Helligkeit (Leuchtdichte), so besitzt sie Glanz. Auf dieser Erwägung beruhen verschiedene visuell oder lichtelektrisch arbeitende Glanzmeßgeräte, von denen hier die von Goerz und von Askania gebauten Geräte genannt seien.

Das Licht beleuchtet die Probe unter  $60^\circ$  (gegen die Flächennormale gemessen). Mit Hilfe einer sinnreich konstruierten Optik wird in der einen Hälfte eines Photometerfeldes die Probe in der Helligkeit sichtbar, in der sie sich in der Richtung des gerichtet reflektierten Lichtes zeigt, in der anderen Hälfte erscheint die Probe in derjenigen Helligkeit, die sie in der Richtung der Flächennormalen besitzt. Auf gleiche Helligkeit beider Gesichtsfeldhälften wird durch einen Graukeil eingestellt, an dessen Skala Maßzahlen abgelesen werden können, die sich mit Hilfe einer Tabelle in Verhältniszahlen des regelmäßig zu dem des diffus reflektierten Lichtes umwandeln lassen.

b) Eine technisch wichtige und verbreitete Art der Glanzbestimmung geht von der praktisch gebräuchlichen Art aus, den Glanz einer Probe durch den *Augenschein* zu beurteilen. Das geschieht meist in der Weise, daß die Probe am Fenster in der Hand gehalten und von oben betrachtet wird, während man sie mit der Hand dem Licht rasch zu- und wieder abwendet. Die dabei beobachteten Helligkeitsänderungen werden vom Auge als Glanz bewertet. Dieses Verfahren ahmte OSTWALD<sup>1</sup> mit dem Halbschattenphotometer nach; er stellte bei waagrecht liegender Probe (Beleuchtung unter  $45^\circ$ ) auf gleiche Helligkeit durch Verminderung der Beleuchtungsstärke auf Normalweiß ein und kippte dann die Probe dem Licht zu. Die beobachtete Aufhellung schrieb er analog dem oben beschriebenen Handversuch dem Glanz der Probe zu und definierte daher als *Glanzzahl* die Differenz der Helligkeit in Kippstellung ( $H$ ) zu der in Grundstellung ( $H_0$ ) (Waagrechtlage). Er übersah dabei, daß die bei der Kippung auftretende Aufhellung zunächst einmal durch die erhöhte Beleuchtungsstärke (nämlich infolge des geringeren Lichteinfallswinkels) bedingt wird, daß also auch eine völlig matte Fläche in der Kippstellung eine größere Helligkeit als bei waagerechter Lage zeigt; mithin findet OSTWALD auch für matte Flächen eine „Glanzzahl“.

c) Diesen Fehler erkannte KLUGHARDT<sup>2</sup>, der die Glanzbestimmung nach der OSTWALD'schen Technik auf das seinerzeit neu entwickelte PULFRICH-Photometer (früher Stufenphotometer genannt) der Firma C. Zeiß übertrug. Er definierte zunächst eine Glanzzahl  $\gamma = \frac{H_0}{H} - R$ , worin  $R$  die relative Zunahme der Helligkeit infolge der Erhöhung der Beleuchtungsstärke beim Kippen darstellt. Diese „photometrische Aufhellung“, die also auch eine absolut matte Fläche erfährt, bringt er im Gegensatz zu OSTWALD richtig in Abzug. Eine völlig matte Fläche besitzt damit die Glanzzahl  $\gamma = 0$ . Die Werte für  $R$  findet man in der Zahlentafel 40.

<sup>1</sup> OSTWALD, W.: Farbkunde. Leipzig: S. Hirzel 1923.

<sup>2</sup> KLUGHARDT, A.: Z. techn. Phys. 8 (1927) S. 109.

Zahlentafel 40<sup>1</sup>.

$\delta$	$R$	$r$	$\delta$	$R$	$r$	$\delta$	$R$	$r$
0	1,000	1,000	25	1,329	1,036	55	1,393	0,970
5	1,083	1,043	30	1,366	1,031	60	1,366	0,967
10	1,158	1,046	35	1,393	1,024	65	1,329	0,959
15	1,224	1,041	40	1,409	1,007	70	1,282	0,940
20	1,282	1,040	45	1,414	0,996	75	1,224	0,918
22,5	1,307	1,038	50	1,409	0,982			

d) Kippt man, wie dies bei der zum PULFRICH-Photometer gelieferten Glanzwippe (Abb. 237) der Fall ist, das Normalweiß, auf das ja die Helligkeit der Probe bezogen wird, um den gleichen Winkel wie die Probe, dann entfällt die Notwendigkeit, die photometrische Aufhellung zu berücksichtigen, weil sie Probe und Normalweiß gleichermaßen aufhellt. Bei der Messung in der Kippstellung ergibt sich jetzt die Helligkeit  $H'$ , deren Mehr gegenüber  $H_0$  unmittelbar durch den Glanz der Probe bedingt ist. RICHTER<sup>2</sup> definiert daher als Glanzzahl  $\eta = \frac{H'}{H_0} r$ ,

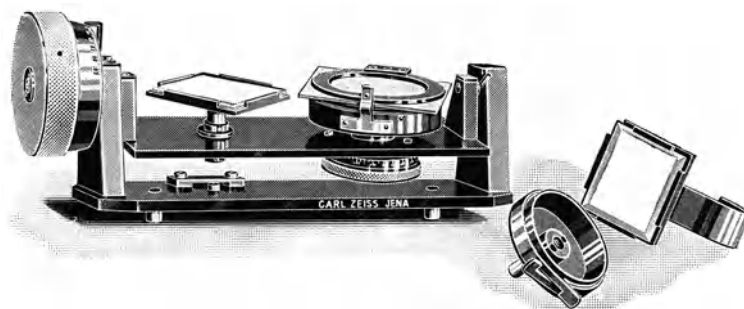


Abb. 237. Glanzmeßwippe zum PULFRICH-Photometer.

worin  $r$  ein Korrekturfaktor ist, der durch den geringen Eigenglanz des üblicherweise als Normalweiß benutzten Bariumsulfat-Gelatineaufgusses bedingt ist (Zahlentafel 40). Für die völlig matte Fläche ergibt sich  $\eta = 1,0$ .

e) Eine Verbesserung dieser Zahl hinsichtlich ihrer Übereinstimmung mit dem Augenschein nahm schließlich KLUGHARDT<sup>3</sup> vor, indem er als Glanzzahl entsprechend dem WEBER-FECHNERSchen Gesetze die Zahl  $G = 10 \log \eta$  definierte. Tatsächlich entspricht dies der Wahrnehmung besser, auch wird hierbei wieder für die matte Fläche die Glanzzahl  $G = 0$ .

Die Glanzzahlen  $\gamma$ ,  $\eta$  und  $G$  werden bei konstant gehaltener Beleuchtungs- und Beobachtungsrichtung (beide bilden einen Winkel von  $45^\circ$  miteinander) für verschiedene Kippwinkel  $\delta$  mit dem PULFRICH-Photometer bestimmt. Man erhält dann eine „Glanzkurve“, deren Maximum bei dem Kippwinkel  $\delta$  liegt, bei dem der Lichteinfallswinkel gleich dem Beobachtungswinkel ist, also bei  $\delta = 22,5^\circ$ ; Abb. 238 und Abb. 239 zeigt die Glanzkurven  $\eta(\delta)$  und  $G(\delta)$  für ein Matt- und ein Glanzpapier. Man wird die Messung im allgemeinen alle  $5^\circ$  ausführen und nur zwischen  $20$  und  $25^\circ$  die Messung bei  $22,5^\circ$  einschieben.

Für die Ermittlung der Glanzzahl  $G$  hat SOMMER<sup>4</sup> ein einfaches Verfahren angegeben: Ein logarithmisch geteilter Maßstab (Abb. 240) von 200 mm Länge für zwei Zehnerpotenzen der Meßtrommelstellung (= 20 Stufeneinheiten) wird

<sup>1</sup> Nach HEERMANN: Enzyklopädie der textilchemischen Technologie. Berlin 1930.

<sup>2</sup> RICHTER, M.: Centr.-Ztg. Opt. Mech. **49** (1928) S. 287.

<sup>3</sup> KLUGHARDT, A.: Centr.-Ztg. Opt. Mech. **51** (1930) S. 90.

<sup>4</sup> SOMMER, H.: Wbl. Papierfabr. **62** (1931) S. 24.

spiegelbildlich zu sich selbst im Punkt 100 (volle Blendenöffnung des Photometers) aneinandergefügt. Die eine Hälfte eines solchen Maßstabes gilt dann für Trommelablesungen über dem Normalweiß (Prüflingshelligkeit kleiner als Normalweißhelligkeit), die andere Hälfte für Trommelablesungen über der Probe

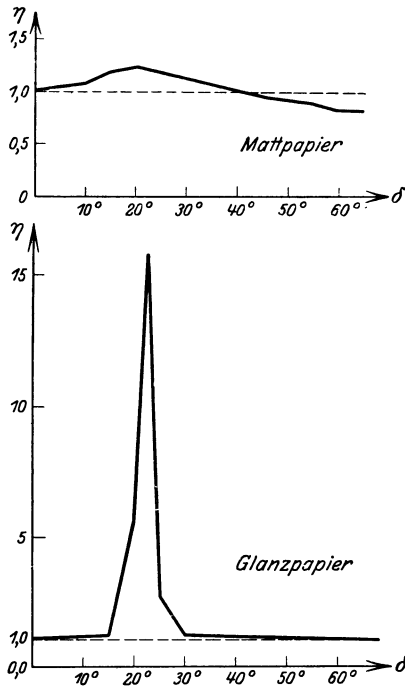


Abb. 238.

Abb. 238. Glanzkurven  $\eta(\delta)$  für ein mattes und ein glanzendes Papier. (Nach RICHTER.)

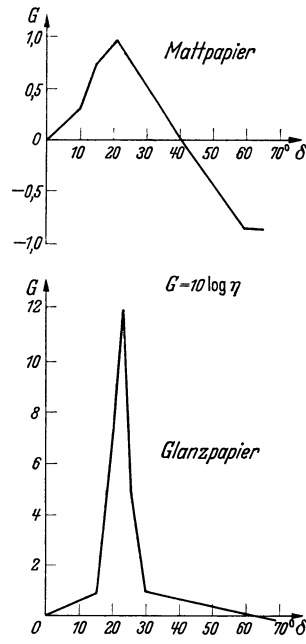


Abb. 239.

Abb. 239. Glanzkurven  $G(\delta) = 10 \log \eta(\delta)$  für das gleiche matte und glanzende Papier wie in Abb. 238. (Nach KLUGHARDT.)

(Probenhelligkeit infolge Glanz größer als Normalweißhelligkeit). Die Entfernung (in cm) der Punkte für Trommelablesung in Grundstellung ( $H_0$ ) und in Kippstellung ( $H'$ ) auf der Skala gibt dann unmittelbar die Glanzzahl  $G$  (allerdings unter Vernachlässigung der sehr kleinen Korrektur  $\log \gamma$ ).



Abb. 240. Maßstab nach SOMMER zum Abgreifen der Glanzzahl  $G$  mit dem Zentimetermaßstab ( $\frac{1}{3}$  der natürlichen Größe).

Bei bunten Flächen wird die Messung, wie hier beschrieben, einmal mit Sperrfilter und einmal mit Paßfilter ausgeführt (s. unten unter Farbmessung nach OSTWALD); die damit gefundenen Farbpunkte werden für Grund- und Kippstellung in ein logarithmisches OSTWALDSches gleichseitiges Dreieck eingetragen (Maßstab wiederum 100 mm für jede Zehnerpotenz) und der Abstand der Farbpunkte in cm als Maß  $\Gamma$  für den Glanz genommen, wie SOMMER<sup>1</sup> vorgeschlagen hat. Für unbunte Proben geht  $\Gamma$  in die KLUGHARDTSche Glanzzahl  $G$  über. Rechnerisch bestimmt sich die SOMMERSche Glanzzahl zu

$$\Gamma = \sqrt{G_{sp}^2 + G_p^2 - G_{sp} G_p},$$

<sup>1</sup> SOMMER, H.: Wbl. Papierfabr. 62 (1931) S. 24 und 44.

wenn  $G_{sp}$  die aus der Sperrfiltermessung ermittelte und  $G_p$  die aus der Paßfiltermessung bestimmte KLUGHARDTSche Glanzzahl ist.

Bei Papieren muß man beachten, daß der Glanz in verschiedenen Richtungen des Papiers etwas verschieden ist: bei Lichteinfall parallel zur Maschinenrichtung ergeben sich etwas andere Glanzzahlen als bei Lichteinfall senkrecht dazu.

Schließlich ist versucht worden, aus den Glanzkurven, die dem Praktiker noch nicht die erwünschte *eine* Glanzzahl für jede Probe bietet, eine charakteristische Zahl abzuleiten. SOMMER<sup>1</sup> findet sie, indem er das Mittel  $G_m$  über die Glanzzahlen für  $\delta = 5^\circ$  bis  $\delta = 50^\circ$  bildet und dieses Mittel zur maximalen Glanzzahl  $G_{22,5^\circ}$  ins Verhältnis setzt. Je näher das Verhältnis  $\kappa = G_m/G_{22,5^\circ}$  (bzw.  $I_m/I_{22,5^\circ}$ ) an 1,0 liegt, desto matter, je kleiner  $\kappa$  desto glänzender ist die Fläche.

Über die Beurteilung der *Glätte* auf Grund von Glanzmessungen s. S. 251.

## 5. Farbmessung.

Von den optischen Eigenschaften der Papiere ist gelegentlich auch die Farbe von Interesse. Über die Bewertung der leichten Farbigkeit von Papieren, die eigentlich weiß sein sollten, ist oben bereits unter der Überschrift „Weißgrad“ gesprochen. Hier handelt es sich um die zahlenmäßige Erfassung der *Farbigkeit* allgemein ohne Rücksicht darauf, ob helle oder dunkle, stark oder schwach bunte Färbungen vorliegen.

**a) Farbmaßzahlen**<sup>2</sup>. Infolge der etwas verwickelten Vorgänge bei der Farbwahrnehmung muß man grundsätzlich, um zu eindeutigen Farbmaßzahlen zu kommen, einige Voraussetzungen und einschränkende Bedingungen aufstellen; die danach durch Maßzahlen zu kennzeichnende Größe wird als „*Farbreizvalenz*“ bezeichnet.

Die Bedingungen, die zur Messung der Farbreizvalenz erfüllt werden müssen, sind auf Grund internationaler Vereinbarung im *Normblatt DIN 5033*: „*Farbmessung*“ zusammengestellt. Sie verlangen:

1. Bewertung durch ein *farbennormalsichtiges Auge* (wofür ein „Normalbeobachter“ als Prototyp aufgestellt ist);
2. Bewertung allein durch die *farbenempfindlichen Elemente in der Netzhaut des Auges*, deshalb zentrale Beobachtung mit kleinem Gesichtsfeld ( $1,5^\circ$  Dmr.) bei sichergestellter Anpassung des Auges an normale Tageshelligkeit („Helladaptation“) und Beobachtung mit unermüdetem, neutral gestimmtem Auge;
3. bei der Messung von Nichtselbstleuchtern Anwendung *einheitlicher Beleuchtungen*, die sowohl hinsichtlich ihrer spektralen Zusammensetzung als auch bezüglich der Lichteinfalls- und Beobachtungsrichtung festgelegt sind. Für die Farbmessung an Papieren ist diese dritte Bedingung ebenfalls von Wichtigkeit.

Bei Innehaltung dieser Bedingungen ist es möglich, eindeutige Maßzahlen für die Farben zu erhalten. Die Grundlagen dafür liefern die von GRASSMANN gefundenen Gesetze der *additiven Farbmischung*. Allein auf dieser Grundlage werden die Farben eindeutig und nur abhängig von ihrem Aussehen (nicht von ihrer Zusammensetzung) bewertet. Zur zahlenmäßigen Kennzeichnung einer Farbe sind jeweils *drei* Maßzahlen erforderlich, weil eine Farbe sich in dreierlei Hinsicht stetig ändern kann.

Die im Normblatt DIN 5033 vorgesehenen Maßsysteme beruhen auf der internationalen Vereinbarung eines „Normalbeobachters“ (gekennzeichnet durch

<sup>1</sup> Vgl. Fußnote 1, S. 266.

<sup>2</sup> Wer sich näher mit diesen Fragen beschäftigen will, muß auf das neuere Schrifttum verwiesen werden, z. B. auf M. RICHTER: Grundriß der Farbenlehre der Gegenwart. Dresden: Steinkopff 1940.

einen tabellenmäßig festgelegten spektralen Empfindlichkeitsverlauf) und auf der Bezugnahme auf drei gedachte, zahlenmäßig aus Mischungsbeziehungen errechnete („virtuelle“) *Eichreize*, aus denen man alle wirklichen Farben durch additive Mischung hergestellt denken kann. Diese Eichreize des speziellen Falles des internationalen Maßsystems heißen „*Normalreize*“, das Maßsystem wird daher als „*Normalreizsystem*“ bezeichnet.

Jede Farbe eines Nichtselbstleuchters wird als optische Mischung von drei für die betreffende Farbe charakteristischen *Normalreizbeträgen* beschrieben. Man bezeichnet die drei Normalreize mit den Symbolen  $X$ ,  $Y$  und  $Z$  und die zugeordneten Beträge mit  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$  bzw.  $\bar{z}$ . Danach schreibt man für eine Farbe  $F$  die Zusammensetzung in Gleichungsform:  $F = \bar{x}X + \bar{y}Y + \bar{z}Z$ . Die Farbe  $F$

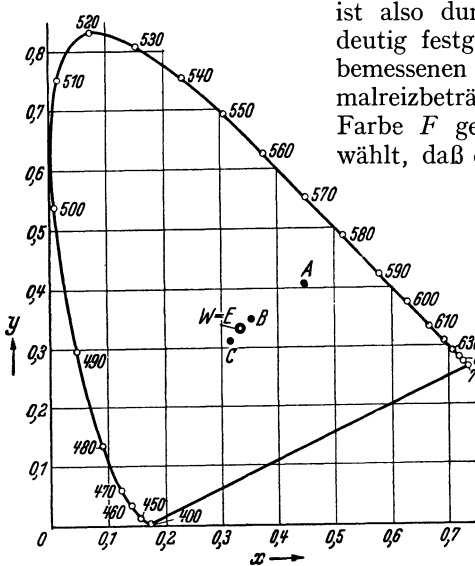


Abb. 241. Farbtafel nach DIN 5033.  $W$  Weißpunkt =  $F$  = Ort der Farbreizvalenz des energiegleichen Spektrums und der Normalbeleuchtungsart  $E$ .  $A$  = Ort der Farbreizvalenz der Normalbeleuchtungsart  $A$ ;  $B$ ,  $C$  = Orte der Farbreizvalenzen der (in Deutschland nicht mehr benutzten) Normalbeleuchtungsarten  $B$  und  $C$ .

ist also durch die Normalreizbeträge  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$ ,  $\bar{z}$  eindeutig festgelegt, weil nur die Mischung aus den so bemessenen Beträgen die Farbe  $F$  ergibt; die Normalreizbeträge können daher als Maßzahlen für die Farbe  $F$  gelten. Dabei ist das Maßsystem so gewählt, daß der Betrag  $\bar{y}$  gleichzeitig den Remissionsgrad („Helligkeit“, „Albedo“) angibt.

Zur Kennzeichnung der allgemeinen Mischungsbeziehungen einer Farbe benutzt man gern die graphische Darstellung; in einer solchen „*Farbtafel*“ (Abb. 241) liegen auf jeder Geraden, die man durch sie hindurchlegen kann, jeweils zwischen zwei Punkten alle Farben, die durch additive (optische) Mischung der durch die Punkte dargestellten Farben erhalten werden. Die Farben werden auf Grund ihrer Maßzahlen eingetragen, und zwar nach Berechnung der „Normalreizanteile“  $x = \bar{x}/(\bar{x} + \bar{y} + \bar{z})$  und  $y = \bar{y}/(\bar{x} + \bar{y} + \bar{z})$ . Diese Anteile  $x$ ,  $y$  werden heute als rechtwinklige Koordinaten in der auch sonst üblichen Weise eingetragen; früher benutzte man gern schiefwinklige

(60°-) Koordinaten, die ein gleichseitiges Dreieck liefern. Der in der Abb. 241 gezeichnete Kurvenzug stellt die Orte der spektralen Farbreize dar; diese Kurve wird durch die Mischlinie der beiden Spektrumsenden, die sog. *Purpurgerade*, geschlossen. Die so umgrenzte Fläche enthält die Punkte der Gesamtheit aller herstellbaren („reellen“) Farben; jeder Farbe ist ein Punkt dieser Fläche eindeutig zugeordnet, allerdings unter Vernachlässigung seiner Helligkeit: Farben, die sich lediglich durch ihre Helligkeit voneinander unterscheiden, die also durch Änderung der Helligkeit des einen einander völlig gleich gemacht werden können, liegen in der Farbtafel im gleichen Punkt.

Die Normalreizbeträge  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$ ,  $\bar{z}$  (oder die Normalreizanteile  $x$ ,  $y$ ) stellen die sog. *trichromatischen Maßzahlen* einer Farbe dar; sie werden vor allem benutzt, wenn man die Ergebnisse von optischen Farbmischungen berechnen will, weil sich mit den Farbgleichungen rechnen läßt wie mit algebraischen Gleichungen. So liegt z. B. diese Art der Rechnung den Untersuchungen von NEUGEBAUER<sup>1</sup> über den Farbendruck zugrunde.

<sup>1</sup> NEUGEBAUER, H. E. J.: Z. wiss. Photogr. 36 (1937) S. 73, 169.

Das Normblatt sieht daneben noch die HELMHOLTZ-*Maßzahlen* vor, die eine größere Anschaulichkeit als die trichromatischen Maßzahlen besitzen. Der Farbton wird durch die *farbtongleiche Wellenlänge*  $\lambda_i$ , die Sättigung durch den *spektralen Farbanteil*  $\sigma$  (oder die *spektrale Farbdichte*  $\rho$ ) gekennzeichnet, die Helligkeit durch den *Remissionsgrad*  $\varepsilon = \bar{y}/100$ .

Schließlich ist noch die Möglichkeit der Farbkennzeichnung mittels der OSTWALD-*Maßzahlen*: *Farbton, Weißanteil, Schwarzanteil* vorgesehen (außer der mittels der LUTHER-*Maßzahlen*, die mehr für farbenphotographische Betrachtungen in Frage kommen). Im OSTWALD-Maßsystem stellt man sich jede Farbe als optische Mischung einer „Vollfarbe“ des betreffenden Farbtons mit Weiß und Schwarz vor.

Die Vollfarbe ist dabei eine ideale Körperfarbe, die besondere Eigenschaften, vor allem größtmögliche Buntheit bei dem betreffenden Farbton besitzt. Sie ist ebensowenig wie das ideale Weiß oder ideale Schwarz wirklich herstellbar. Der Farbton wird nach OSTWALDS eigener Farbtonskala, dem OSTWALDSchen Farbtonekreis bezeichnet, der in der neueren Ausführung die Bezifferung 1,0 bis 24,5 aufweist. Die Farbe wird in diesem System gern anstatt von Maßzahlen mit einem „Farbzeichen“ bezeichnet, das aus der Farbtonnummer und zwei kleinen Buchstaben besteht, von denen der erste jeweils ein gewisses Gebiet des Weißanteiles und der zweite einen Schwarzanteilsbereich bedeutet. So drückt das Farbzeichen 7 gc z. B. ein Rot des Farbtons 7 mit einem Weißanteil  $w = 0,20$  bis  $0,25$  und einen Schwarzanteil  $s = 0,37$  bis  $0,50$  aus.

b) Die **Bestimmung der Farbmaßzahlen** kann nach verschiedenen Verfahren erfolgen, die entweder streng „*reizmetrisch*“ sind, d. h. mit den Gesetzen der additiven Farbmischung in eindeutigem Zusammenhang stehen, oder „*empirisch*“, deren Angaben jedoch nicht immer volle Eindeutigkeit der Maßzahlen gewährleisten. Normblattgemäß konnten daher nur die reizmetrischen Verfahren für die Bestimmung von Maßzahlen zugelassen werden, wo der Anspruch auf Eindeutigkeit an die Zahlen gestellt wird.

α) Die *reizmetrischen Messungen* kann man nach dem Gleichheitsverfahren, Spektralverfahren oder Helligkeitsverfahren durchführen.

Bei dem *Gleichheitsverfahren* wird eine der Probe völlig gleiche Farbe aufgesucht oder in einem geeigneten Meßinstrument (zu denen vor allem die *Dreifarbenmeßgeräte* gehören) aus bekannten Komponenten eingestellt.

Beim *Spektralverfahren* werden die spektralen Remissionskurven der Proben mittels Spektralphotometrie gemessen und die Farbmaßzahlen rechnerisch durch Vereinigung der Messung mit dem Empfindlichkeitswerten des Normalbeobachters bestimmt.

Das *Helligkeitsverfahren* besteht in der Photometrie der Probe durch drei (oder mehr) Filter hindurch, wobei die Filter bestimmten Anforderungen hinsichtlich ihrer spektralen Durchlässigkeit genügen müssen.

Diese „LUTHER-Bedingung“ für die Filterdurchlässigkeit ist indessen sehr schwer zu erfüllen und wird technisch bisher nur für lichtelektrisch arbeitende Farbmeßgeräte einigermaßen befriedigt.

Das Helligkeitsverfahren liefert also bei Austausch des menschlichen Auges gegen einen physikalischen Strahlungsempfänger und entsprechende Anpassung der Meßfilter die Möglichkeit einer *objektiven Farbmessung*. Das einzige hierfür z. Z. im Handel befindliche Gerät ist das von DRESLER<sup>1</sup> (Zierold, Berlin-Schöneberg).

β) Von den *empirischen Verfahren* ist das *Dreifilter-Verfahren* von DETLEFSEN-BLOCH heute ohne Bedeutung, dagegen besitzt das empirische *Filtermeßverfahren* OSTWALDS zur Messung des Weiß- und Schwarzanteils durchaus noch praktischen Wert<sup>2</sup>, wenn man sich über die Grenzen der Leistungsfähigkeit des Verfahrens

<sup>1</sup> DRESLER, A. u. H. G. FRÜHLING: Licht 8 (1938) S. 238.

<sup>2</sup> Vgl. M. RICHTER: Licht 11 (1941) S. 75.



klar ist. Es leistet gute Dienste für die angenäherte Bestimmung der gesuchten Werte und vor allem für Relativuntersuchungen, bei denen es auf die Verfolgung der Veränderung einer Färbung ankommt. Das Verfahren besteht in der Photometrie der Probe gegen Normalweiß durch zwei Filter hindurch, die aus einem Satz von sieben Filtern so ausgesucht werden, daß einmal der höchste („Paßfilterwert“) und das andere Mal der niedrigste Photometerwert („Sperrfilterwert“) erhalten wird. Der Sperrfilterwert wird dann mit dem Weißanteil  $w$  identifiziert, während die Ergänzung des Paßfilterwertes zur Einheit den Schwarzanteil ergeben soll (der Farbton wird gesondert nach einem regelrechten Gleichheitsverfahren bestimmt).

Zur Messung dient heute vorzugsweise das dafür entwickelte PULFRICH-Photometer (C. Zeiß, Jena), das in seinem Kopf einen Filterrevolver besitzt, in dem die sieben K-Filter untergebracht sind. Zur Messung wird das Instrument zunächst sorgfältig so justiert, daß bei beidseitig untergelegtem Normalweiß und beidseitiger Trommelstellung auf 100,0 beide Gesichtsfeldhälften gleich hell erscheinen. Dann wird die Probe unter die eine Photometeröffnung gelegt und erprobt, bei welchem der sieben Filter bei Einstellung auf gleiche Helligkeit (Leuchtdichte) der Gesichtsfeldhälften die Blende über dem Normalweiß am weitesten geschlossen werden muß („Sperrfilter“) und bei welchem sie am weitesten offen bleibt („Paßfilter“). Dann führt man bei diesen beiden Filtern die Messung (etwa je fünfmal) aus. Zur Farbtonbestimmung wird ein besonderes Zusatzgerät untergelegt und auf völlige Gleichheit beider Gesichtsfeldhälften (natürlich ohne Zwischenschaltung von Filtern!) durch Verschieben des Farbmeßstreifens, durch additive Weißbeimischung und durch Abdunklung mittels der Meßblende eingestellt. Der Farbton der Probe ist dann der gleiche wie der des entsprechenden Feldes des Farbstreifens.

**c) Normalbeleuchtung.** Die für die eindeutige Bewertung von Nichtselbstleuchtern („Körperfarben“) erforderliche Beleuchtung muß, wie oben schon angedeutet worden ist, ebenfalls einheitlich festgelegt sein. Die hierfür gültigen internationalen Normen sind im Normblatt DIN 5033 niedergelegt. Als Lichtquellen kommen zwei in Frage: reines Glühlampenlicht („Normalbeleuchtungsart A“) und ein tageslichtähnliches Kunstlicht („Normalbeleuchtungsart E“). Erstere wird durch eine Glühlampe dargestellt, die bei einer Farbtemperatur von 2850° K betrieben wird; Normalbeleuchtungsart E wird durch die gleiche Glühlampe, jedoch unter Vorsetzung eines Filters erzeugt. Als Filter ist zunächst ein Flüssigkeitsfilter vorgeschrieben, das aus einer Doppelkuvette von je 1 cm Schichtdicke besteht und folgende Lösungen enthält:

Lösung 1:

2,954 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  + 2,954 g Mannit ( $\text{C}_6\text{H}_8(\text{OH})_6$ ) + 30,0 cm<sup>3</sup> Pyridin ( $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ );

Lösung 2:

28,44 g  $\text{CoSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 17,84 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  + 10,0 cm<sup>3</sup>  $\text{H}_2\text{SO}_4$   
(spezifisches Gewicht 1,835).

Jede Lösung wird mit destilliertem Wasser auf 1000,0 cm<sup>3</sup> aufgefüllt. Beide Lösungen sind indessen nur begrenzt haltbar und müssen von Zeit zu Zeit neu angesetzt werden. Das unbequeme Flüssigkeitsfilter darf für technische Messungen jetzt gemäß DIN 5033 durch ein sorgfältig ausgewähltes Glasfilter ersetzt werden, z. B. Schottfilter Eg 3.

Die *Beleuchtungsrichtung* ist mit 45° Lichteinfall auf die Probe festgelegt, *beobachtet* wird dabei in Richtung der Flächennormalen.

## 6. Lichtechtheitsbewertung.

Es liegt nahe, die Lichtechtheit von Färbungen — wozu auch das *Vergilben* von Papieren (vgl. S. 287) und Zellstoff (vgl. S. 346) zu rechnen ist — mittels der Farbmessung zu bewerten. Außer einem allerdings wichtigen Ansatz mit Hilfe der OSTWALD-Maßzahlen und seiner Meßmethode, den ZIERSCH<sup>1</sup> und

<sup>1</sup> ZIERSCH, G.: Die Veränderung von Baumwollfärbungen im Licht. Diss. T. H. Dresden 1929.

SOMMER<sup>1</sup> gemacht haben, ist bis heute von dieser Seite das Problem kaum angefaßt worden. ZIERSCH bestimmt den Ausbleichgrad  $A$  als Quotienten der Strecken im OSTWALDSchen farbtongleichen Dreieck, die vom Ort der ungebleichten Färbung bis zum Ort der gebleichten Färbung und bis zum Ort des ungefärbten Materials zu ziehen sind. SOMMER findet mit Hilfe des Ausbleichgrades nach ZIERSCH einen „Ausbleichbeiwert“  $n = A \cdot t^{-1/2}$ , worin  $t$  die Bleichzeit in Normalbleichstunden ist. Andererseits fand SOMMER, daß der Verlust  $\Delta v$  an Vollfarbenteil beim Ausbleichen durch die Formel  $\Delta v = a \cdot t^{1/m}$  dargestellt wird, worin  $a$  als „Vollfarbenausbleichbeiwert“ ebenfalls als Echtheitsmaß für die betreffende Färbung verwendbar ist ( $m$  liegt in der Nähe von 2, ist aber für die einzelnen Färbungen etwas verschieden).

Die bei diesen Lichtechtheitsprüfungen erforderliche Bestimmung der wirksam gewesenen *Lichtmenge* wird am besten mit einem *aktinometrischen Papier* bestimmt, das mit Viktoriablauf  $R$  im Aufstrich gefärbt ist (Verfahren von KRAIS). Als eine „Normalbleichstunde“ gilt diejenige Lichtmenge, die das Papier ebenso stark gebleicht hat, wie eine Stunde Juni-Mittagssonne bei senkrechtem Einfall in Berlin-Dahlem. Die Bleichwirkung an einem beliebig belichteten Papier wird an einem empirisch in Berlin-Dahlem geeichten Maßstab in Normalbleichstunden ( $nh$ ) abgelesen.

Praktisch wird jedoch heute die Lichtechtheit mittels *Typfärbungen* bestimmt. Das sind Sätze von Färbungen verschiedener, aber bekannter Lichtechtheit, die gleichzeitig mit der Probe belichtet werden. Probe und Typmuster werden zur Hälfte mit dickem Papier oder Karton abgedeckt. Sie sind so anzubringen, daß sie

1. nach Süden gerichtet,
2. unter einem Winkel von  $45^\circ$  gegen die Waagerechte geneigt,
3. vor Schattenwirkung aus der Umgebung (Fensterkreuz, Mauervorsprünge usw.) geschützt,
4. von außergewöhnlichen Gasen und Dämpfen (Laboratoriumsluft, Rauchgas usw.) unbeeinflusst

unter gleichen Bedingungen dem Tageslicht ausgesetzt werden.

Die Benutzung von Tageslicht ist unumgänglich, weil es bis jetzt keine künstliche Lichtquelle gibt, die vollen Ersatz für das Sonnenlicht bietet. Entweder weicht die Wirkung der Lampen wegen der andersartigen spektralen Energieverteilung von der des Sonnenlichtes zu weit ab, oder ihre Lichtintensität ist zu gering, so daß zu hohe Belichtungszeiten erforderlich sind<sup>2</sup>.

Zeigt die Probe gegenüber dem unbelichtet (abgedeckt) gebliebenen Teil ein gerade merkliches Verschießen, so wird der Versuch abgebrochen und festgestellt, welche der Echtheitstypen in gleichem Maße verschossen ist. Der Echtheitsgrad wird mit der Nummer dieser Typfärbung bezeichnet. Die Schwierigkeit des Verfahrens liegt im Abschätzen der Gleichheit der Unterschiede, da die Probe meist eine ganz andere Farbe zeigt als die Typfärbung. Trotzdem hat sich das Verfahren eingeführt und bewährt. An Typfärbungen sind die der *Echtheitskommission*<sup>3</sup> und des *Normenausschusses für das graphische Gewerbe*<sup>4</sup> in Gebrauch. Erstere bestehen aus 8 blauen Wollfärbungen, letztere aus 5 roten Farbdrucken. Bei den Wollfärbungen ist I die unechtste, VIII die echtste Stufe. Bei den Druckfarbentypen wird die Zahl IV der geringsten I der besten Lichtechtheit zugeordnet.

<sup>1</sup> SOMMER, H.: Mschr. Text.-Ind. **46** (1931) S. 25ff.

<sup>2</sup> Vgl. H. SOMMER: Mschr. Textilind. **46** (1931) Heft 8, S. 287.

<sup>3</sup> Vgl.: Verfahren, Normen und Typen für die Prüfung der Echtheitseigenschaften von Färbungen auf Wolle, Seide, Baumwolle, Viskose- und Azetatkunstseide, 7. Ausg. Berlin: Verlag Chemie G. m. b. H. 1935. — Die Typfärbungen sind von der I.G. Farbenindustrie, Frankfurt a. M. zu beziehen.

<sup>4</sup> Zu beziehen durch die Wirtschaftsgruppe Druck, Berlin W 9.

#### XIV. Besondere Prüfverfahren für Druckpapier.

**Allgemeines.** Die Beurteilung der drucktechnischen Eigenschaften von Papier auf Grund zahlenmäßiger Prüfungsergebnisse ist unter den Problemen der Papierprüfung eines der wichtigsten. Die Schwierigkeiten, die hierbei auftreten, liegen nicht allein darin, daß jedes Druckverfahren Papier von besonderen Eigenschaften erfordert, sondern daß sich auch Unterschiede in der Bedruckbarkeit eines Papiers bemerkbar machen, je nach den besonderen Arbeitsbedingungen in den einzelnen Druckereien. So kommt es z. B. vor, daß sich ein und dasselbe Papier in der einen Druckerei trotz Anwendung aller Kunstgriffe nicht verarbeiten läßt, während es in der anderen ohne jede Schwierigkeit einen einwandfreien Druck ergibt. Ferner ist zu berücksichtigen, daß ein Druckpapier nur im Zusammenhang mit der jeweils zu verwendenden Druckfarbe beurteilt werden kann, da bestimmte Eigenschaften des Papiers von der Art und Viskosität der Farbe beeinflußt werden.

Die Ausarbeitung geeigneter Prüfverfahren setzt deshalb vollkommene Beherrschung aller drucktechnischen Kenntnisse voraus und die Möglichkeit eines ständigen Vergleichs der Prüfergebnisse mit dem Verhalten des Papiers im Betriebe während des Druckes. Erst wenn hierin Übereinstimmung herrscht, wird man auf Grund von Prüfverfahren Schlüsse ziehen können, ob bei einem fehlerhaften Druck dem Papier, der Druckfarbe oder dem Drucker die Schuld beizumessen ist, andernfalls ist man auf praktische Druckversuche angewiesen.

##### 1. Glätte.

Der zur Zeit am meisten angewendete Apparat zur Prüfung der Glätte von Druckpapieren ist der von BEKK (vgl. S. 249). Des weiteren wird auf die übrigen im Abschnitt „Glätte“ beschriebenen Verfahren verwiesen.

##### 2. Saugfähigkeit.

a) Die Saugfähigkeit von Druckpapier wird vielfach nach der *Durchdringungszeit* von Ölen (Leinöl, Rizinusöl) bestimmt, indem man Proben des Papiers auf dem Öl schwimmen läßt und die Zeit mißt, innerhalb der das Öl bis zur Oberfläche des Papiers dringt. Nach einem Verfahren von LAROQUE<sup>1</sup> wird aus einer Mikrokapillare eine bestimmte Menge Öl in dünner Schicht auf das Papier gebracht und die zum Einziehen des Öles („Wegschlagen“) erforderliche Zeit gemessen. Von verschiedener Seite, so auch von BEKK<sup>2</sup>, J. ALBRECHT<sup>3</sup> und ANT-WUORINEN und BACKMAN<sup>4</sup> ist jedoch durch Versuche belegt worden, daß sich Papier gegenüber Druckfarbe anders verhält als gegen Öl, so daß es sehr unsicher ist, aus dem Ergebnis der Prüfung mit Öl Rückschlüsse auf die Bedruckbarkeit des Papiers zu ziehen.

b) Ein Verfahren zur Bestimmung des Durchdringungsgrades von *Druckfarbe* wird von HAMMOND<sup>5</sup> vorgeschlagen. In einer von ihm entwickelten Vorrichtung wird die eine Seite der Papierprobe mit Druckfarbe in Berührung gebracht, auf der anderen Seite der Probe wird die mit fortschreitender Durchdringung sich ändernde Reflexion der Papieroberfläche gemessen. Für den Grad der Durchdringung ist die Zeit vom Beginn der Einwirkung der Druckfarbe bis zur völligen Durchtränkung maßgebend. Der Endpunkt des Versuches ist gegeben, wenn die Abnahme der Reflexion zum Stillstand gekommen ist.

<sup>1</sup> LAROQUE, G. L.: Paper Trade J. Bd. 106 (1938) Nr. 26, S. 86.

<sup>2</sup> BEKK: Papierfabrikant **31** (1933) S. 485.

<sup>3</sup> Nach einer privaten Mitteilung.

<sup>4</sup> ANT-WUORINEN u. BACKMAN: Zellstoff u. Papier **18** (1938) S. 470 u. 521.

<sup>5</sup> HAMMOND: Paper Trade J. Bd. 103 (1936) Nr. 21, S. 37.

c) Da jedoch der Vorgang des Wegschlagens an der Oberfläche des Papierblattes ein anderer ist, als der in der Blattmitte, und deshalb von der Durchdringungszeit nicht auf den Wegschlagevorgang an der Papieroberfläche entsprechend dem Druckvorgang geschlossen werden kann, ist vom *Institut für Druck- und Reproduktionstechnik* an der Technischen Hochschule in Berlin-Charlottenburg<sup>1</sup> eine Apparatur zur Prüfung von *Zeitungsdruckpapier* entwickelt worden, mit der das Wegschlagen der Druckfarbe von der Oberfläche des Papiers aus zahlenmäßig verfolgt werden kann. Zur Prüfung wird die Papierprobe in der Handpresse oder Rotationsdruckmaschine in definierter Schichtdicke mit einer bestimmten *Standarddruckfarbe* bedruckt. Das frisch bedruckte Papier zeigt einen feuchten Glanz, der sich innerhalb von 2 min verringert. Der mit Hilfe eines Glanzmessers festgestellte Rückgang des Glanzes ist ein Maß für die Oberflächenabsorption.

In der Abb. 242 ist das Prinzip der Meßeinrichtung wiedergegeben. Die Wendel einer Punktlichtlampe wird über einen Spiegel (2) und eine Linse (3) unter 45° auf die Probe (4) projiziert. Das von der Probe zurückgeworfene Licht setzt sich zusammen aus zwei Teilen, dem Glanzlicht und dem gewöhnlichen, sog. diffusen Licht. Das erstere wird unter dem Einfallswinkel, also 45°, weitergeleitet (gespiegelt) und von einem Photoelement (6) aufgefangen. Die Größe des diffusen Lichtes, das nach allen Seiten ausgestrahlt wird, kann durch ein um 90° zur Probe stehendes Element (7) gemessen werden. Die Elemente befinden sich in schwarz berußten Rohrstützen (5), die durch Blenden bewirken, daß möglichst nur Licht in der gewünschten Richtung durchgelassen wird. Der ganze Strahlengang verläuft in einer innen berußten Kugel, die das nicht zur Messung dienende Licht absorbieren soll.

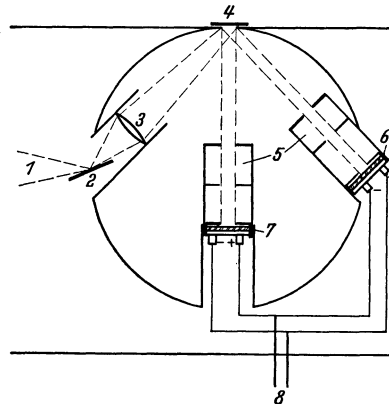


Abb. 242. Apparat zur Bestimmung der Farbaufnahme von Zeitungsdruckpapier. (Nach J. ALBRECHT.)

Der Rückgang des Glanzes kann verfolgt werden, wenn man den Strom des 45°-Spiegellelementes zu einem Spiegelgalvanometer leitet. Die unvermeidbaren und häufigen Stromschwankungen im Verteilernetz bewirken zwar oft Störungen, da ja die Helligkeit der Lampe und damit der Photostrom sich im gleichen Sinne ändert. Dadurch aber, daß man das 45°- und das 90°-Element in Serie schaltet und das Galvanometer in Brückenschaltung legt, geht nur der Mehrstrom des 45°-Elementes durch das Meßinstrument, während der übrige Teil und dadurch auch der größere Teil der Netzschwankungen kompensiert wird. Der Betrag der Störschwankungen ist somit im Verhältnis zu dem fast gleichbleibenden Rückgang des Galvanometers kleiner geworden.

Das Absinken des Glanzes wird in Abhängigkeit von der mit der Stoppuhr zu messenden Einwirkungsdauer der Druckfarbe kurvenmäßig dargestellt. Zur zahlenmäßigen Auswertung werden die Kurven für eine bestimmte Versuchsdauer, z. B. für die Zeit von der 6. bis zur 120. Sekunde planimetriert, d. h. es wird die Fläche unter diesem Teil des Kurvenzuges ausgemessen. Je größer die Fläche ist, um so langsamer schlägt die Farbe in das betreffende Papier ein.

d) Einen anderen Weg schlägt BEKK<sup>2</sup> ein mit einem Verfahren, dem folgendes Prinzip zugrunde liegt. Wird überschüssige Druckfarbe in einer zusammenhängenden Fläche auf Papier aufgedruckt und der Farbüberschuß entfernt, so entspricht die Gewichtszunahme des Papiers der von ihm festgehaltenen, d. h. „weggeschlagenen“ Farbmenge.

Der Druckzylinder *a* (Abb. 243), auf dem das gewogene Prüfstück festgespannt ist, wird über die mit Druckfarbe reichlich eingewalzte Druckplatte *b* (Größe 10 × 10 cm) hinweggerollt und an die Gegendruckwalze *c* angepreßt. Kurz vor der Berührung mit *c* betätigt der Druckzylinder *a* einen Kontakt, der die von einem kleinen Motor angetriebenen

<sup>1</sup> Nach einer privaten Mitteilung von J. ALBRECHT.

<sup>2</sup> BEKK: Papierfabrikant 31 (1933) S. 485.

Walzen  $d_1$  und  $d_2$  sowie die Gegendruckwalze  $c$  in Bewegung setzt, wodurch zwischen  $a$  und  $c$  ein von der Rolle  $e$  ablaufendes Papierband durchgezogen wird. Dieses nimmt in 10 bis 12 Umdrehungen des Druckzylinders  $a$  den gesamten Farbüberschuß vom Prüfstück ab. Die während der Versuchsdauer (1,5 s) vom Prüfstück auf einer Fläche von 100 cm<sup>2</sup> aufgenommene Druckfarbenmenge ergibt sich sodann durch die Rückwägung des Prüfstückes. Ein Zwischenschalter ermöglicht, die Walzen  $d_1$  und  $d_2$  auch in einem beliebigen späteren Zeitpunkt in Bewegung zu setzen und damit den zeitlichen Verlauf des Farbannahme- bzw. des Wegschlagevorganges mengenmäßig zu verfolgen.

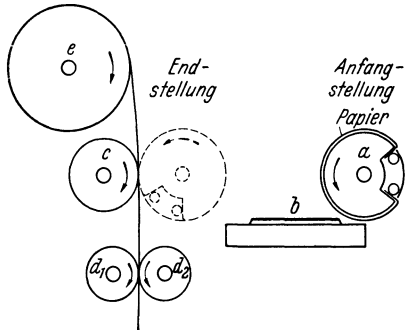


Abb. 243. Gerät zur Bestimmung der Farbaufnahme von Druckpapier nach BEKK.  $a$  Druckzylinder, der die Probe trägt;  $b$  mit Farbe eingewalzte Druckplatte;  $c$  Gegendruckwalze;  $d_1, d_2$  Transportwalzen;  $e$  Papierrolle.

### 3. Gleichmäßigkeit der Farbaufnahme.

Die Gleichmäßigkeit der Farbaufnahme beim Drucken wird von der Rauheit der Papieroberfläche und von der ungleichmäßigen Saugfähigkeit des Papiers an verschiedenen Stellen des Blattes erheblich beeinträchtigt. Um diese drucktechnischen Eigenschaften des Papiers meßbar zu erfassen, hat BEKK<sup>1</sup> ein optisch-photographisches Verfahren entwickelt, bei dem der zu untersuchende Druck auf einer Scheibe in rotierende Bewegung gebracht und mittels einer Kamera, deren optische Achse mit der Drehachse des Druckes zusammenfällt, bei zweifacher Vergrößerung photographiert wird. Auf den so erhaltenen Aufnahmen erscheinen die Ungleichmäßigkeiten der Prüffläche als konzentrische Kreise, die in der Bildmitte am schärfsten in Erscheinung treten und nach dem Rande zu immer undeutlicher werden. Der Abstand vom Mittelpunkt des Bildes bis zur Zone der noch erkennbaren Kreisstruktur gilt dann als Maß der Ungleichmäßigkeit der untersuchten Fläche. Besonders deutlich kommt bei diesem Verfahren die Überlegenheit der gestrichenen Papiere hinsichtlich Gleichmäßigkeit der Farbaufnahme gegenüber ungestrichenen Papieren zum Ausdruck.

### 4. Schwärzungsgrad und Durchschlagen der Druckfarbe.

Zur Kennzeichnung der Bedruckbarkeit von Zeitungsdruckpapier wenden ANT-WUORINEN und BACKMAN<sup>2</sup>, sowie CARLSSON<sup>3</sup> ein einfaches, im Prinzip gleiches Probedruckverfahren an, bei dem auf eine Spiegelglasscheibe eine genau abgewogene Druckfarbenmenge gebracht und ausgewalzt wird. Auf dieser Farbschicht werden die Papierproben ausgebreitet und mit einer Walze, die mit einem bestimmten Gewicht belastet ist, überwalzt. Die bedruckte und unbedruckte Seite der Proben, sowie Muster des gleichen, aber nichtbedruckten Papiers werden dann mit einem Photozellenopazimeter geprüft und die Ergebnisse zur Bestimmung des Schwärzungsgrades und des Durchschlages der Druckfarbe ausgewertet.

### 5. Rupffestigkeit.

Wenn während des Druckens beim Abheben der an das Papier angepreßten Druckform infolge der Viskosität der Druckfarbe Teilchen aus der Papieroberfläche abgerissen werden, so bezeichnet man dies mit „Rupfen“. Die Rupffestigkeit (Einreißfestigkeit der Papieroberfläche) ist nach BEKK<sup>4</sup> durch die Kraft

<sup>1</sup> BEKK: Zellstoff u. Papier **16** (1936) S. 281.

<sup>2</sup> ANT-WUORINEN u. BACKMAN: Zellstoff u. Papier **18** (1938) S. 470.

<sup>3</sup> CARLSSON: Papierfabrikant **37** (1939) S. 380, 386, 393.

<sup>4</sup> BEKK: Zellstoff u. Papier **14** (1934) 501.

definiert, die erforderlich ist, um einen Papierstreifen, der auf eine Unterlage festgeklebt ist, unter einem bestimmten Angriffswinkel zur Abtrennung zu bringen.

Das zur Bestimmung dieser Kraft konstruierte Gerät<sup>1</sup> besitzt folgende Anordnung: Ein 2,5 cm breiter, flacher Messingstab *a* (Abb. 244) wird mit geschmolzenem Schellack auf einen 2 cm breiten Prüfstreifen *b* aufgeklebt. Das freie Ende des Prüfstreifens wird sodann mittels einer Klemme *c* am Mantel einer drehbaren Trommel *d*, der Messingstab selbst in einer um die Achse dieser Trommel schwenkbaren Haltevorrichtung festgeklemmt, derart, daß die Verlängerung des Stabes *a* mit dem gespannten Prüfstreifen *b* einen Winkel bildet, der beliebig einstellbar ist. Die Trommel *d* trägt ein Pendelgewicht *e*, das beim Abwärtsschwenken des Stabes nach rechts bewegt wird und den auf den Prüfstreifen wirkenden Zug so lange vermehrt, bis der Prüfstreifen sich an der Klebekante vom Stab trennt. Ein Schleppteiger gibt an der Skala unmittelbar die zum Einreißen erforderliche Belastung an. Als „Rupffestigkeit“ des Papiers wird zweckmäßig die auf 1 cm Streifenbreite berechnete und bei einem wirksamen Winkel von 36° ermittelte Einreißbelastung bezeichnet.

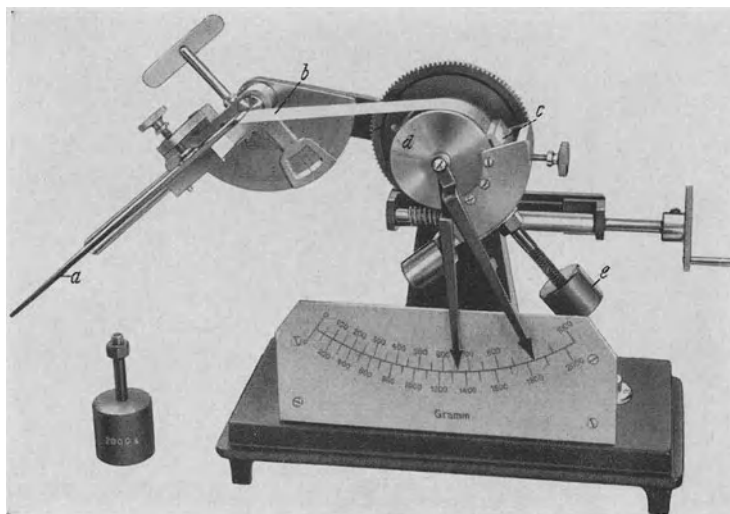


Abb. 244. Rupffestigkeitsprüfer nach BEKK.

Zur Beurteilung der Haftfestigkeit des Aufstriches *gestrichener* Papiere werden in der Praxis vielfach die nachfolgend beschriebenen Verfahren angewendet<sup>2</sup>.

1. *Abhebeprobe*. Man drückt mit angefeuchtetem Daumen fest auf den Strich des Papiers; nach dem Abheben darf am Daumen keine Aufstrichmasse sitzen.

2. *Reibeprobe*. Wenn man das zusammengelegte Papier, Strich auf Strich, zwischen den Fingern reibt, darf der Farbstrich sich nur in ganz geringen Mengen loslösen.

3. *Tintenprobe*. Man zieht mit der Ziehfeder Tintenstriche auf der Strichseite. Bei zu geringem Zusatz von Leim zur Streichmasse laufen die Striche mehr oder weniger aus.

Von KIRKPATRICK<sup>3</sup> wurde ein Verfahren beschrieben, das eine Vervollkommnung der Abhebeprobe darstellt. Die Spitze eines aus Wachs geformten Stiftes wird angewärmt, auf die Papierprobe gesetzt und nach dem Abkühlen wieder abgehoben. Für die Herstellung der Stifte sind bestimmte Typmuster von Wachskompositionen festgesetzt. Geprüft wird, bei welcher Type das Papier

<sup>1</sup> Herstellerfirma: R. Fueß, Berlin-Steglitz.

<sup>2</sup> Papierfabrikant 6 (1908) S. 2251. — WEICHEL: Buntpapier-Fabrikation, S. 178. Berlin: Verlag der Papierzeitung 1927. — Über ein Gerät zur zahlenmäßigen Bestimmung der Haftfestigkeit gestrichener Papiere vgl. H. ERBRING, S. BROESE u. H. BAUER: Kolloid-Beihefte 54 (1943) S. 366—434.

<sup>3</sup> KIRKPATRICK: Paper Trade J. Bd. 109 (1939) Nr. 12, S. 36. Ref. Papierztg. 65 (1940) S. 393.

zu rupfen beginnt. Die Methode soll ein gutes Hilfsmittel zur Beurteilung der Rupffestigkeit gestrichener Papiere darstellen, jedoch besondere Erfahrungen für die richtige Auswertung der Ergebnisse erfordern.

## 6. Stäuben.

Das beim Druckvorgang mitunter auftretende Stäuben des Papiers kann von schlecht gebundenem Füllstoff und Holzschliff herrühren, ferner vom „Aufstehen“ der Fasern, das nach SAMUELSEN und STEPHANSEN<sup>1</sup> bei zu starker Trocknung auf den ersten Zylindern eintritt.

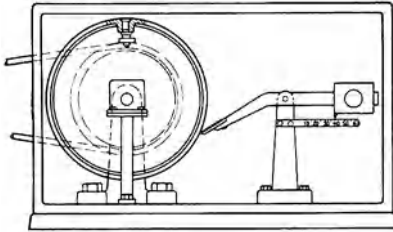


Abb. 245. Staubungsprüfer von RIESENFELD und HAMBURGER (R. Fueß, Berlin-Steglitz).

a) Ob ein Papier zum Stäuben neigt, stellen RIESENFELD und HAMBURGER<sup>2</sup> mit dem in Abb. 245 dargestellten *Stäubungsprüfer*<sup>3</sup> fest. Die Wirkungsweise des Apparates ist folgende. Ein Probestreifen von 500 mm Länge und 30 mm Breite wird auf dem Umfang einer Scheibe befestigt, die durch einen kleinen Motor in Umdrehung versetzt wird. Auf diesem Papierstreifen schleift ein *Messer* (Rasier-

klinge) unter einem bestimmten konstanten Druck. Zur Messung der gesamten Umdrehungen ist ein Umdrehungszähler vorgesehen. Der Probestreifen wird vor und nach dem Versuch bei konstanter Luftfeuchte gewogen. Der nach einer bestimmten Anzahl von Umdrehungen unter der Einwirkung des Messers eingetretene Gewichtsverlust bildet ein Maß für die Stäubung. — Die Scheibe soll mit

einer Drehzahl von etwa 500/min umlaufen und je Einzelversuch insgesamt etwa 1500 Umdrehungen machen.

b) Von SAMUELSEN und STEPHANSEN<sup>1</sup> wird vorgebracht, daß sich bei der Anwendung von Methoden mit starker mechanischer Beanspruchung des Papiers, wie z. B. bei dem vorgenannten Verfahren, leicht Staub auch in solchen Fällen bildet, wo sich beim Drucken kein Stäuben zeigt. Deshalb empfehlen die beiden Verfasser ein im *Forschungsinstitut für die norwegische Papierindustrie* bewährtes Verfahren.

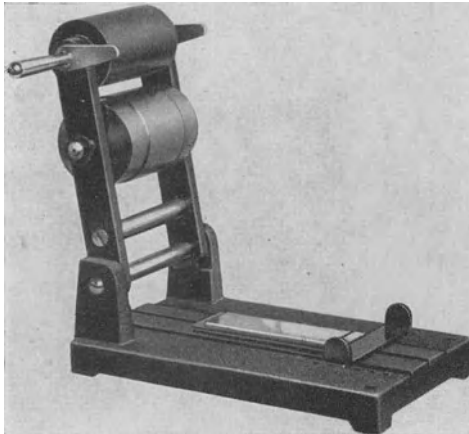


Abb. 246. Kratzprüfer nach BEKK.

Streifen von 7 cm Breite und 20 cm Länge, die aus der Maschinenrichtung des Papiers zu entnehmen sind, werden über die abgerundete Kante einer 15 mm dicken

Messingplatte dreimal hin- und hergezogen, wobei die Enden des Streifens mit je einem Gewicht von 0,5 kg belastet sind. Je mehr Fasern sich hierbei aufrichten, um so größer wird die Neigung des Papiers zum Stäuben sein. — Noch einfacher ist das Verfahren von SCOTT<sup>4</sup>, bei dem man das Papier kniff und die Falzkante unter dem Mikroskop betrachtet.

Zweckmäßig wird man zur Beurteilung, ob das zu prüfende Papier beim Drucken zum Stäuben neigt, Papiere zum Vergleich mit heranziehen, die sich im Betrieb als stäubend erwiesen haben.

<sup>1</sup> SAMUELSEN u. STEPHANSEN: *Papir-J.* **21** (1933) S. 97.

<sup>2</sup> RIESENFELD u. HAMBURGER: *Papierfabrikant* **28** (1930) S. 119.

<sup>3</sup> Hergestellt von der Firma R. Fueß, Berlin-Steglitz.

<sup>4</sup> SCOTT: *Papierztg.* **60** (1935) S. 106. (Ref.)

### 7. Prüfung der Papieroberfläche auf sandige Bestandteile.

Als Ursache für das „Tonen“, worunter man Unregelmäßigkeiten beim Drucken versteht, die von Einwirkungen des Papiers auf die Druckplatte herühren, können chemische oder mechanische Einflüsse in Betracht kommen. Die chemischen Einwirkungen sind noch nicht soweit erforscht, daß aus der Untersuchung des Papiers sichere Rückschlüsse auf sein Verhalten beim Drucken gezogen werden können. Als Ursache werden genannt: Schwefel- und Chlorverbindungen, höherer Säuregrad (niedriger  $p_H$ -Wert), bei gestrichenen Papieren mitunter auch die im Strich vorkommenden Salze und das als Bindemittel verwendete Kasein<sup>1</sup>, sowie die der Druckfarbe zugesetzten Trockenstoffe (Sikkative), insbesondere Bleimangantrockner<sup>2</sup>.

Häufiger als chemische Einflüsse sind die durch sandige Bestandteile der Papieroberfläche hervorgerufenen mechanischen Schädigungen der Druckplatten bzw. -zylinder. BEKK<sup>3</sup> beurteilt den Gehalt des Papiers an sandigen Bestandteilen nach dem Kratzbild, das entsteht, wenn ein Streifen des zu prüfenden Papiers unter bestimmten Bedingungen an einer Glasoberfläche entlang gezogen wird.

Die für diese Untersuchung dienende Vorrichtung<sup>4</sup> besitzt, wie Abb. 246 zeigt, einen aufklappbaren Hebel, der eine polierte Stahlwalze trägt. In waagerechter Lage übt diese einen Druck von 2,6 kg auf die Unterlage aus. Als solche dient eine Stahlplatte, die zur Aufnahme von Objektträgern aus Glas (Breite 2,6 cm) eingerichtet und um ihre zur Walzenachse senkrechte Mittellinie kippbar gelagert ist, wodurch eine

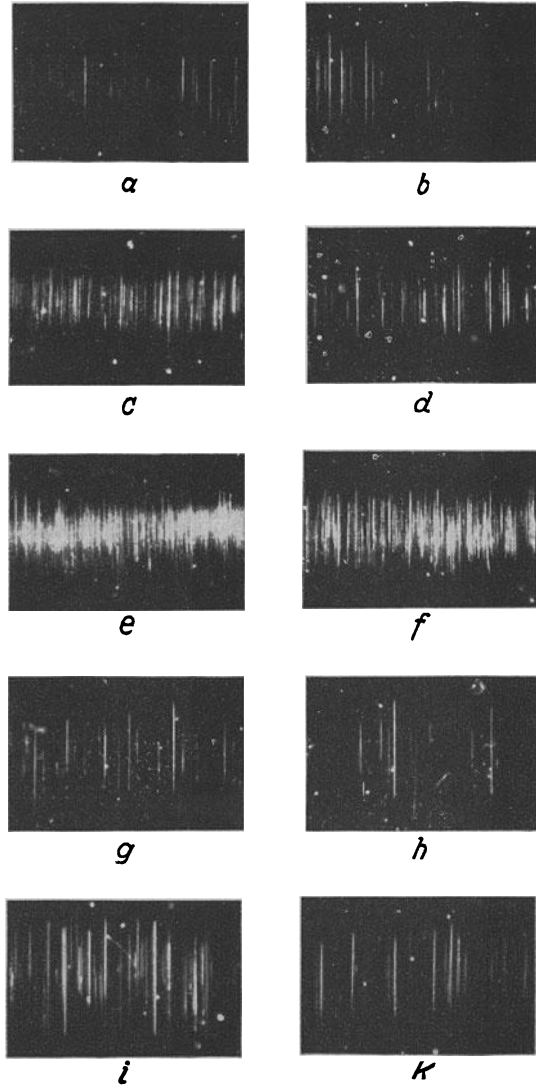


Abb. 247. Mikrophotographische Aufnahmen einiger Kratzbilder von Tief- und Werkdruckpapieren. (Nach BEKK.)

<sup>1</sup> Nach Untersuchungen des englischen Forschungsinstituts für das graphische Gewerbe. Papierztg. **63** (1938) S. 1991 u. 2009.

<sup>2</sup> Nach einer Mitteilung des Instituts für Druck- und Reproduktionstechnik an der Technischen Hochschule Berlin-Charlottenburg. Papierztg. **63** (1938) S. 2009.

<sup>3</sup> BEKK: Zellstoff u. Papier **13** (1933) S. 18.

<sup>4</sup> Herstellerfirma: R. Fueß, Berlin-Steglitz.



gleichmäßige Verteilung des Druckes erreicht wird. Zwischen Glasplatte (Objektträger) und Stahlwalze werden Streifen des zu prüfenden Papiers auf einer Strecke von 10 cm durchgezogen, wobei demnach der Druck 1 kg je cm Streifenbreite beträgt. Der Objektträger wird sodann zum Auswerten der Kratzbilder im Mikroskop mit einem Strahlenbündel durchleuchtet, das unter 45° von unten einfällt.

In Abb. 247 sind von BEKK hergestellte mikrophotographische Aufnahmen (10fache Vergrößerung) einiger Kratzbilder wiedergegeben, die einer Prüflänge von je 10 cm entsprechen. *a* und *b* sind die beiderseitigen Kratzbilder eines einwandfreien Tiefdruckpapiers; *c* und *d*, sowie *e* und *f* beziehen sich dagegen auf Papiere, die bereits bei Auflagen unter 6000 bzw. 3000 Drucken merklichen Angriff auf die polierten Teile des Tiefdruckzylinders aufwiesen. Die Bilder *g* und *h* gehören zu einem einwandfreien, *i* und *k* zu einem bei höherer Auflage (über 100 000) die Schrifttypen deutlich schädigenden Werkdruckpapier.

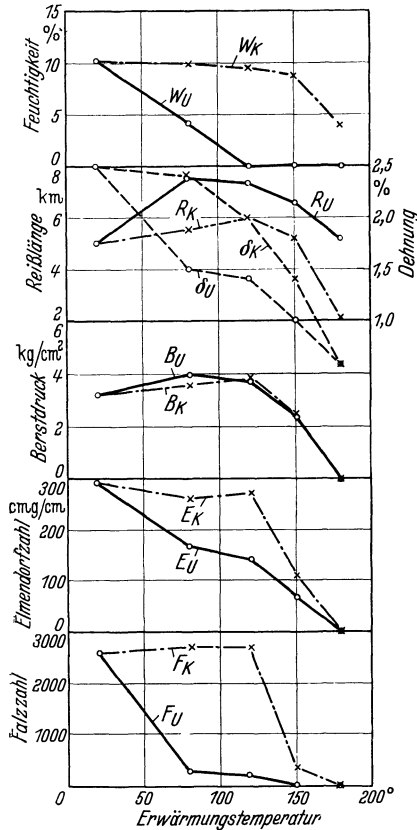


Abb. 248. Einfluß der Erwärmungstemperatur auf die Festigkeitseigenschaften von Natronzellstoff. a Unmittelbar nach der Erhitzung (U) und b nach Wiederklimatisierung (K). Erhitzungsdauer: 48 Stunden; Klimatisierung: 24 Stunden bei 85% relativer Luftfeuchtigkeit. (Nach BRECHT und MICHAELIS.)

Alterung“ zur Beschleunigung von physikalisch-chemischen Vorgängen und von chemischen Reaktionen, die bei gewöhnlicher Temperatur nur sehr langsam verlaufen (vgl. S. 285). Dasselbe gilt für die Beurteilung der Vergilbungsneigung von Zellstoffen durch Erwärmungsversuche (vgl. S. 346).

Die beim Erhitzen eintretenden Änderungen sind einerseits auf die Austrocknung des Fasermaterials, andererseits auf chemische Umwandlungen (Abbauprozesse) der Baustoffe der Faserwandung zurückzuführen<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Literatur über die Wärmebeständigkeit von Papier: HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl, S. 5. 1932. — LENZ: Einfluß der Temperatur und trockenen Erwärmung auf Festigkeit und Dehnung von Papier. Papierztg. 20 (1895) Nr. 54/55. — FLASKÄMPFER: Einfluß höherer

### XV. Wärmebeständigkeit.

Bestimmte technische Papiere sind bei der Weiterverarbeitung oder beim Gebrauch der Einwirkung höherer Temperaturen ausgesetzt, so z. B. Kabel- und Isolierpapiere, Schleifpapiere, Rohpapier für die Herstellung von Hartpapier, Papier für Zement- und Thomasmehlsäcke, Verdunklungspapiere bei starker Sonneneinstrahlung in trocknen Räumen. Hierbei erfährt die Fasersubstanz eine geringere oder weitergehende Änderung der verschiedenen Eigenschaften, insbesondere der mechanischen Festigkeit, unter Umständen auch der chemischen Zusammensetzung. Für die Beurteilung des Gebrauchswertes derartiger Papiere ist daher die Ermittlung der Wärmebeständigkeit durch praktische Erhitzungsversuche von wesentlicher Bedeutung. Das Verhalten beim Erwärmen interessiert aber auch bei Papieren, die nicht bei ihrer Verwendung höheren Temperaturen ausgesetzt sind. In diesem Falle dient die Wärmeeinwirkung bei der sog. „künstlichen

Der Grad der Änderung ist abhängig:

1. von der *Beschaffenheit des Materials* hinsichtlich

*Faserart* (Hadernpapiere verhalten sich im allgemeinen besser als Zellstoffpapiere und diese wieder günstiger als holzhaltiges Material<sup>1</sup>),

*Aufschlußart* (alkalisch aufgeschlossene Zellstoffe sind wärmebeständiger als sauer aufgeschlossene),

*Anwesenheit stark sauer reagierender Stoffe* („freie Säure“) (vgl. S. 81, 92, 93), *vorhergehender Schädigungen chemischer Art* (Überkochen und Überbleichen bewirken eine erhöhte Wärmeempfindlichkeit);

2. von der *Temperatur*, ihrer *Einwirkungsdauer* und von der *relativen Luftfeuchtigkeit* im *Trockenraum*.

Der Mahlzustand beeinflußt die Wärmebeständigkeit jedoch nicht.

Die Erwärmung auf Temperaturen bis etwa 120...130° bewirkt eine Austrocknung der Faser (Entquellung), die jedoch keine bleibende Schädigung zur Folge hat, sondern fast völlig umkehrbar ist. Der Feuchtigkeitsentzug hat eine wesentliche Zunahme der Zugfestigkeit und im allgemeinen auch eine geringfügige Steigerung des Berstdruckes zur Folge, während sich die Zugdehnung und der Durchreißwiderstand vermindern. Die stärkste Beeinflussung erfährt der Falzwiderstand, der je nach der Zellstoffart auf 10% bis 1% seines ursprünglichen Wertes absinkt<sup>2</sup> (Abb. 248 und Zahlentafel 41).

Zahlentafel 41. Falzwiderstand von Sulfat- und Sulfitzellstoff beim Erhitzen im Vergleich zum Falzwiderstand beim Trocknen über Phosphorpentoxyd<sup>3</sup>.

Zellstoffart	Ausgangszustand <sup>4</sup>	Nach Lagerung bei 20° über Phosphor-pentoxyd (72 h)		Nach 16stündiger Erhitzung auf							
		im trok-kenen Zustand <sup>5</sup>	klima-tisiert <sup>6</sup>	103°		130°		150°		170°	
				im trok-kenen Zustand <sup>5</sup>	klima-tisiert <sup>6</sup>	im trok-kenen Zustand <sup>5</sup>	klima-tisiert <sup>6</sup>	im trok-kenen Zustand <sup>5</sup>	klima-tisiert <sup>6</sup>	im trok-kenen Zustand <sup>5</sup>	klima-tisiert <sup>6</sup>
Sulfat-zellstoff	4469	112	4057	93	3837	88	3134	48	1646	6	10
Sulfit-zellstoff	2715	26	2488	15	2425	11	2236	2	2	0	0

Bei der Erhitzung auf Temperaturen über 120...130° tritt in steigendem Maße auch eine Abnahme der Zugfestigkeit und des Berstdruckes ein. Beim Einbringen in eine feuchte Atmosphäre nimmt das getrocknete Papier wieder begierig Wasserdampf aus der Luft auf; sofern die Erhitzungstemperatur unter 120...130° lag, strebt es hierbei einem Feuchtigkeitsgehalt nahe dem ursprünglichen Wert zu. Ebenso gleichen sich die Festigkeitswerte denjenigen vor der

Temperaturen auf die Festigkeitseigenschaften verschiedener Papierqualitäten. Wbl. Papierfabr. **46** (1915) S. 425. — BRECHT, W. u. R. MICHAELIS: Über die Hitzebeständigkeit von Sulfat- und Sulfitzellstoff. Papierfabrikant **38** (1940) S. 129 u. 141. — POSSANNER v. EHRENTHAL, B.: Sulfitzellstoff als Ersatz für Natronzellstoff. Papierfabrikant **39** (1941) S. 21.

<sup>1</sup> Vgl. HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl., S. 5. 1932.

<sup>2</sup> Die Falzzahl erweist sich somit als schärfstes Kriterium zur Kennzeichnung von Austrocknungsvorgängen; bekanntlich reagiert sie in ebenso empfindlicher Weise auf Veränderungen durch chemische Schädigung.

<sup>3</sup> Nach Versuchen des Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem. — Die angegebenen Falzzahlen sind Mittelwerte aus den Ergebnissen von 5 untersuchten Sulfat- und 3 Sulfitzellstoffen.

<sup>4</sup> Nach 6tägiger Klimatisierung bei 20° und 65% relativer Luftfeuchtigkeit.

<sup>5</sup> Unmittelbar nach der Trocknung bzw. Erwärmung.

<sup>6</sup> Nach einer auf die Trocknung bzw. Erwärmung folgenden 6tägigen Klimatisierung bei 20° und 65% relativer Luftfeuchtigkeit.

Erwärmung fast vollkommen an. Demgegenüber ist der Verlust an Quellvermögen und an mechanischer Festigkeit bei Temperaturen über  $120 \dots 130^\circ$  in zunehmendem Grade irreversibel. Der nicht umkehrbare Teil ist auf eine dauernde Entquellung („Verhornung“) bzw. auf eine in diesem Temperaturbereich in stärkerem Maße einsetzende chemische Schädigung zurückzuführen.

Die Abb. 249 veranschaulicht den Einfluß der *Erwärmungsdauer* auf den Feuchtigkeitsgehalt und die Festigkeitseigenschaften in trockenem Zustand sowie nach Ausliegen des Papiers bei höherer Luftfeuchtigkeit.

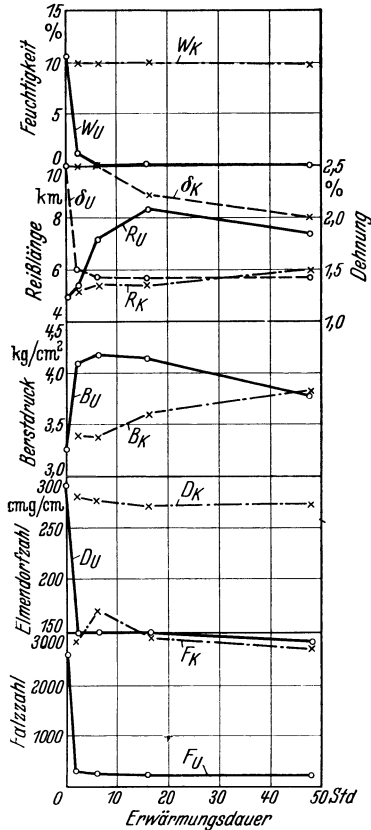


Abb. 249. Einfluß der Erwärmungsdauer auf die Festigkeitseigenschaften von Natronzellstoff. a Unmittelbar nach der Erhitzung (U) und b nach Wiederklimatisierung (K). Erwärmungstemperatur:  $120^\circ$ ; Klimatisierung: 24 h bei 85% relativer Luftfeuchtigkeit. (Nach BRECHT und MICHAELIS.)

auf gleicher Höhe zu halten, damit die Reproduzierbarkeit gewährleistet bleibt.

Da die Falzzahl in empfindlichster Weise auf die Adsorption geringer Feuchtigkeitsmengen anspricht, ist es geboten, die Falzversuche in einem geschlossenen Kasten vorzunehmen, in dem durch wirksame Trockenmittel (Chlorkalzium, Phosphorpentoxyd usw.) und Lufterwärmung eine besonders niedrige relative Luftfeuchtigkeit eingestellt werden kann. Die im Amt hierfür benutzte Einrichtung ist in Abb. 250 dargestellt. Sie besteht aus einem oben verglasten Blechschrank mit eingebautem Falzapparat, Ventilator und Ringleitung für die Luftumwälzung, sowie einer selbsttätig regulierten Heizung. Die Kontrolle

Der für die eingangs erwähnten technischen Verwendungszwecke bedeutungsvolle Unterschied in der Wärmebeständigkeit von Sulfat- und Sulfitzellstoff scheint innerhalb des Temperaturbereiches, der durch eine Umkehrbarkeit der Entquellungserscheinungen gekennzeichnet ist, in der verschiedenen *Hygroskopizität* der beiden Zellstoffarten seine Erklärung zu finden. Wie von BRECHT und MICHAELIS festgestellt wurde, trocknen die Sulfatzellstoffe langsamer als die Sulfitzellstoffe. Andererseits nehmen sie nach dem Trocknen bei Berührung mit feuchter Luft schneller und mehr Wasser auf als die letzteren. Für diese Erklärung spricht auch der Umstand, daß sich die beiden Stoffarten beim Trocknen über Phosphorpentoxyd bei gewöhnlicher Temperatur in gleicher Weise differenzieren wie beim Wasserentzug durch Erwärmen (s. Zahlentafel 41). Eine Angleichung der Sulfitzellstoffe an Natronzellstoffe hinsichtlich Wärmebeständigkeit ist nur durch eine alkalische Nachkochung unter Druck, also durch eine tiefgreifende Änderung des ganzen Stoffcharakters möglich<sup>1</sup>.

#### Hinweise für die Durchführung von Erwärmungsversuchen.

Um zu verlässlichen Ergebnissen, insbesondere bei den höheren Temperaturstufen, zu kommen, ist die Erhitzung im Ventilator-trockenschrank mit Umluftbetrieb vorzunehmen. Während der Festigkeitsprüfung ist das Raumklima möglichst trocken, jedoch immer

<sup>1</sup> Vgl. BRECHT u. MICHAELIS: Siehe S. 278, Fußnote 1.

der Luftfeuchtigkeit erfolgt auf psychrometrischem Wege. Für die Bedienung des Falzapparates sind zwei Gummihandschuhe luftdicht am Schrank angebracht. Während der Erhitzung sind die Probestreifen in kleinen Blechkästen mit Stützrahmen eingelegt. Nach beendetem Erwärmen werden diese Kästchen schnell mit einem dicht anliegenden Deckel verschlossen und sofort in den Falzerschrank überführt. Mit der Prüfung wird  $\frac{1}{2}$  h nach dem Einbringen des Kästchen begonnen.

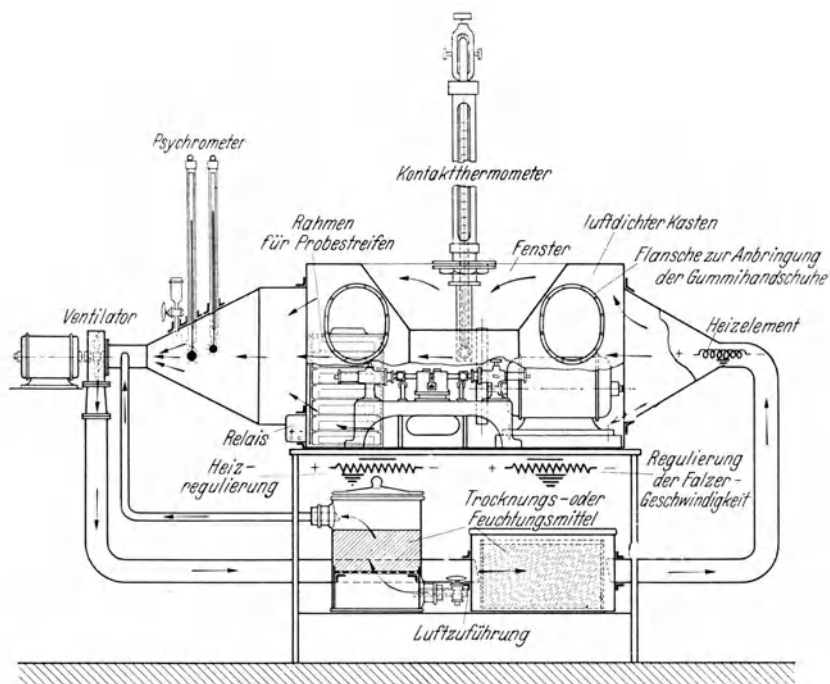


Abb. 250. Vorrichtung für Falzversuche bei extremen Klimabedingungen.

## XVI. Dauerhaftigkeit.

**Allgemeines.** Die *Dauerhaftigkeit* (*Ausdauerfähigkeit*, *Lebensdauer*) von Papier hängt zunächst von der *Alterungsbeständigkeit* ab, d. h. von der Widerstandsfähigkeit gegen stoffliche Veränderung bei langer Lagerung, außerdem jedoch auch von den *Festigkeitseigenschaften*, da jedes Papier beim Gebrauch mechanischen Beanspruchungen (Biegen, Falzen, Kniffen, Rollen usw.) ausgesetzt ist. Dies gilt vor allem auch von den Urkunden- und Dokumentenpapieren, an die bekanntlich besonders hohe Ansprüche in Bezug auf Dauerhaftigkeit gestellt werden. Unter sonst gleichen Verhältnissen wird demnach bei gleicher Alterungsbeständigkeit dasjenige Papier das höchste Lebensalter erwarten lassen, das die besten Festigkeitseigenschaften aufweist und bei gleichen Festigkeitswerten dasjenige, das die größte Alterungsbeständigkeit besitzt.

Die Alterungsbeständigkeit ist bedingt durch die Widerstandsfähigkeit gegen chemische und chemisch-physikalische Einflüsse, unter denen zwischen äußeren und inneren zu unterscheiden ist. Die *äußeren* sind atmosphärischer Natur (Luft, Licht, Wärme, Feuchtigkeit); daneben kommen auch schädliche Gase (Industriegase) in Betracht. Diese Einflüsse können nie gänzlich ausgeschaltet werden, sollten jedoch bei der Aufbewahrung von wichtigen Papieren, Archivalien

u. dgl. nach Möglichkeit eingeschränkt oder gemildert werden, da von dem Ausmaße ihrer Einwirkung die Dauerhaftigkeit wesentlich beeinflusst wird<sup>1</sup>. Mit einem Angriff von *innen* aus ist zu rechnen, wenn im Stoff vom Aufschluß<sup>2</sup> oder von der Bleiche herrührende Umsetzungsprodukte zurückgeblieben sind, oder wenn das Papier schädliche Zusätze enthält.

Es ergeben sich somit für die *Herstellung dauerhafter Papiere* folgende Erfordernisse:

a) Verwendung eines *Fasermaterials*, das möglichst widerstandsfähig gegen atmosphärische Einwirkungen ist, keine schädlichen Verunreinigungen enthält und in struktureller Hinsicht die Möglichkeit für die Erzeugung eines besonders festen Papiers bietet.

b) Vermeidung von *Zusätzen*, die den Faserstoff angreifen.

### 1. Einfluß des Fasermaterials auf die Dauerhaftigkeit.

Die Erfahrung hat gelehrt, daß *holzhaltige Papiere* unter atmosphärischen Einflüssen sehr schnell ihrem Verfall entgegengehen, während aus *Leinen*, *Hanf* oder *Baumwolle* hergestellten Papiere der Vorzeit viele Jahrhunderte überdauern konnten. Diese Erfahrungen stimmen mit den Erkenntnissen der Wissenschaft überein, daß chemischen und physikalischen Einflüssen gegenüber Lignin den geringsten, Cellulose den größten Widerstand bietet. Ferner ist bekannt, daß Fasern, deren Cellulose mehr oder weniger abgebaut ist (Bildung von Oxy- und Hydrocellulose), wesentlich an Festigkeit einbüßen. Über die Alterungsbeständigkeit von Hemicellulosen<sup>3</sup> und anderen Begleitstoffen der Cellulose liegen sichere Angaben noch nicht vor, es ist aber wohl nicht anzunehmen, daß sie in dieser Hinsicht der Cellulose überlegen sind.

Aus diesen Überlegungen wäre zu folgern, daß für die Alterungsbeständigkeit der Faser allein der Gehalt an chemisch reiner Cellulose maßgeblich ist. Wenn

<sup>1</sup> Ein Beispiel, daß bei sehr günstiger Lagerung auch Papiere von relativ geringer Dauerhaftigkeit, ohne Schaden zu erleiden, lange Zeit aufbewahrt werden können, sind die von dem Pastor SCHÄFFER vor etwa 170 Jahren aus 50 verschiedenen Faserstoffen (verschiedene Hölzer, Rohrstengel, Hopfenranken, Moos, Tannenzapfen, Brennessel, Beifuß, Wassermoos usw.) hergestellten und seinem hierzu verfaßten Werke beigegebenen Papiere. Da nur eine beschränkte Anzahl von Exemplaren des Buches hergestellt wurde, besaß es von vornherein einen besonderen Wert und wurde daher auch besonders sorgfältig behandelt. Die Papiere der beiden im Besitz des Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem befindlichen Exemplare (deutsch und holländisch) sind zum größten Teil sehr gut erhalten; sie können zur Zeit ihrer Herstellung nicht wesentlich anders gewesen sein und werden bei sorgfältiger Behandlung und Aufbewahrung sicher noch lange Zeit überdauern. (JAC. CHRIST. SCHÄFFER: Versuche und Muster, teils ohne alle Lumpen, teils mit geringem Zusatz derselben, Papier zu machen. Regensburg 1765 bis 1772. Eingehend unter Anführung von Versuchsergebnissen besprochen in den Mitt. Mat.-Prüf.-Amt 1898, S. 143.) — Auch die Tageszeitungen, die häufig bei der Grundsteinlegung öffentlicher Gebäude in Blechkästen verlötet in den Grundstein eingemauert werden, werden voraussichtlich lange Zeiträume in wenig verändertem Zustande überdauern, trotz ihres geringwertigen Fasermaterials.

<sup>2</sup> KLEMM weist darauf hin, daß in ungebleichten Sulfitzellstoffen von der Kochung herrührende, wasserunlösliche Schwefligsäureverbindungen vorkommen, aus denen durch verschiedene Einflüsse die schweflige Säure wieder in Freiheit gesetzt und zu Schwefelsäure oxydiert werden kann, was zur Bildung von Hydrocellulose führt [Wbl. Papierfabr. 63 (1932) S. 607].

<sup>3</sup> Nach H. RASCH sollen Pentosane die Dauerhaftigkeit von Papier nicht beeinflussen [Paper Trade J. Bd. 88 (1929) Nr. 8, S. 233]. — Ähnlich dürften sich Pektinstoffe verhalten. Die Papiere unserer Vorfahren waren hauptsächlich aus Leinenhadern hergestellt, von denen anzunehmen ist, daß sie nur einen geringen Reinigungsprozeß durchgemacht haben und ungebleicht oder infolge Rasenbleiche nur wenig gebleicht verwendet worden sind. Da gecheelter, ungebleichter Flachs 20 bis 25% Pektinstoffe enthält, ist anzunehmen, daß die damals verwendeten Leinenfasern nicht frei von Pektin waren und doch haben sich die daraus hergestellten Papiere bis auf den heutigen Tag gut erhalten.

auch in dieser Hinsicht die *Hadernfasern* (Leinen, Hanf, Baumwolle, Ramie), die schon von Natur aus praktisch reine Cellulose darstellen, an erster Stelle stehen, ist es doch gelungen, Zellstoffe von einem chemischen Reinheitsgrad herzustellen, der dem der Hadernfasern sehr nahe- oder gleichkommt. Daher gewinnt die Frage, ob solche Zellstoffe für die Verwendung zur Herstellung besonders dauerhafter Papiere als gleichwertig anzusehen sind, immer mehr an Bedeutung. Es erscheint jedoch verfrüht, diese Frage schon jetzt mit Sicherheit entscheiden zu wollen, da für die Alterungsbeständigkeit der Cellulosefasern neben den genannten noch andere Gesichtspunkte in Betracht kommen.

Neuere Forschungen, insbesondere die von STAUDINGER<sup>1</sup> haben ergeben, daß die technischen Cellulosen aus einem Gemisch von Cellulosemolekülen verschiedenen *Polymerisationsgrades*, d. h. verschiedener Kettenlänge bestehen, ferner daß sich die Festigkeitseigenschaften der Cellulose mit dem Polymerisationsgrad ändern, und daß dieser um so mehr sinkt, je stärker die Cellulose bei langer Lagerung infolge Einwirkung des Luftsauerstoffes abgebaut wird<sup>2</sup>. Nach STAUDINGER<sup>3</sup> haben Baumwolle, Ramie und Flachs einen Polymerisationsgrad von 2000 bis 3000, Sulfit- und Natronzellstoffe einen solchen von 800 bis 1000. Edzellstoffe erreichen einen Polymerisationsgrad bis 1500, da durch die Behandlung mit Natronlauge niederepolymere Anteile des Zellstoffes entfernt werden. Die Festigkeitseigenschaften ändern sich, wie STAUDINGER und SORKIN<sup>4</sup> festgestellt haben, nicht proportional mit sinkendem Polymerisationsgrad, sondern nehmen funktionell ab, und zwar derart, daß beim Sinken des Polymerisationsgrades von 3000 auf 800 die Festigkeit der Fasern kaum abnimmt. Beim weiteren Sinken von 600 bis 200 verringert sich die Festigkeit sehr erheblich; Cellulosen mit einem Polymerisationsgrad unter 200 sind keine Faserzellulosen mehr. *Daher wird eine Cellulose um so alterungsbeständiger sein, je höher der Polymerisationsgrad liegt*; denn Cellulosen vom Polymerisationsgrad 2000 bis 3000 werden weit längere Zeit brauchen, bis sie unter der Einwirkung des Luftsauerstoffes soweit abgebaut sind, daß die Festigkeitseigenschaften wesentlich leiden, als Cellulosen vom Polymerisationsgrad 800 bis 1500.

Da die technischen Cellulosen stets aus einem Gemisch von Molekülen verschiedener Kettenlänge bestehen<sup>5</sup>, ist es nicht ausgeschlossen, daß neben dem durchschnittlichen Polymerisationsgrad auch die *Verteilung der verschiedenen Molekülgrößen* im Gemisch einen Einfluß auf die Alterungsbeständigkeit und Festigkeit der Cellulosen hat<sup>6</sup>.

Schließlich sind auch die *strukturellen Eigenschaften* der verschiedenen Cellulosefasern nicht außer Betracht zu lassen, insbesondere mit Rücksicht auf die unterschiedliche Fibrillierbarkeit der Fasern beim Mahlen, die auf die Festigkeit des Papierblattes und somit auch auf die Dauerhaftigkeit des Papiers Einfluß hat.

Aus diesen Andeutungen ist zu ersehen, daß das letzte Wort über die Zusammenhänge zwischen Faserart und Dauerhaftigkeit noch nicht gesprochen ist. Solange aber hierüber nicht völlige Klarheit herrscht, dürfte es verständlich sein, wenn für die Herstellung von dauernd aufzubewahrenden Papieren, denen die Überlieferung unserer geistigen Güter anvertraut werden soll, den Faser-

<sup>1</sup> STAUDINGER, H.: Papierfabrikant **36** (1938) S. 373, 381, 473, 481.

<sup>2</sup> STAUDINGER, H. u. F. REINECKE: Melliand Textilber. **20** (1939) S. 109.

<sup>3</sup> STAUDINGER, H.: Papierfabrikant **36** (1938) S. 473.

<sup>4</sup> STAUDINGER, H. u. M. SORKIN: Ber. dtsch. chem. Ges. **70** (1937) S. 1565. — Papierfabrikant **37** (1939) S. 183.

<sup>5</sup> STAUDINGER, H.: Papierfabrikant **36** (1938) S. 381.

<sup>6</sup> Vgl. W. SCHIEBER: Die Verteilung der Kettenlängen in der Cellulose. Papierfabrikant **17** (1939) S. 245.

arten der Vorzug gegeben wird, die sich von alters her bewährt haben. Daß bei der Verarbeitung von Hadern für derartige Papiere nur einwandfreies Material, dessen Fasern praktisch noch keinen Abbau erlitten haben (neue Abschnitte u. dgl.) verwendet werden darf, ist selbstverständlich.

## 2. Einfluß der Leim- und Füllstoffe auf die Dauerhaftigkeit.

**a) Leimmittel.** Über den Einfluß der Leimmittel auf die Dauerhaftigkeit von Papier gehen die Ansichten teilweise noch auseinander. Während sich nach Untersuchungen des *Bureau of Standards*<sup>1</sup> harzgeleimte Papiere bei der Alterung günstiger verhalten als ungeleimte, kommen andere Autoren<sup>2</sup> zu entgegengesetztem Ergebnis, wenn auch im allgemeinen die Ansicht vorherrscht, daß geringe Mengen Harz keinen erheblichen Einfluß auf die Alterungsbeständigkeit ausüben.

Bekannt ist, daß *tierische Oberflächenleimung* die Festigkeitseigenschaften des Papiers erhöht. Nach Beobachtungen mehrerer Autoren<sup>3</sup> geht die dadurch erzielte Festigkeitssteigerung bei der künstlichen Alterung durch Erhitzung (vgl. S. 285) wieder zurück. MINOR<sup>4</sup> hat jedoch festgestellt, daß dies nicht der Fall ist, wenn das Papier bei gewöhnlichen Temperaturen altert; unter diesen Umständen vermindert die Oberflächenleimung die Festigkeitsverluste, die das Papier beim Altern erleidet, was nach RASCH<sup>5</sup> auf eine die Oxydation hemmende Wirkung zurückzuführen ist. Auch Stärke soll sich indifferent verhalten<sup>6</sup>, doch ist zu bedenken, daß sowohl Tierleim als auch Stärke einen guten Nährboden für *Mikroorganismen* darstellen und das Papier in dieser Hinsicht gefährden können, wenn es in feuchter Atmosphäre aufbewahrt wird.

Mehr Bedeutung als die Leimstoffe hat die *Azidität*, die das Papier bei der Leimung erhält. Ein hoher *Säuregrad* ist wegen Bildung von Hydrocellulose und der damit verbundenen Zerstörung des Papiers unbedingt zu vermeiden, während ein geringer Überschuß von schwefelsaurer Tonerde keine erheblichen Schädigungen zu verursachen scheint. KLEMM<sup>7</sup> führt dies darauf zurück, daß in normal lufttrocknem Papier keine Dissoziation der schwefelsauren Tonerde stattfindet. Ein  $p_H$ -Wert von nicht weniger als 5 wird als unschädlich angesprochen<sup>8</sup>.

**b) Füllstoffe.** Da mineralische Füllstoffe die Pflanzenfasern an Widerstandsfähigkeit gegen atmosphärische Einflüsse übertreffen, wird durch ihre Gegenwart die Alterungsbeständigkeit des Papiers nicht beeinflusst; andererseits erleidet die Dauerhaftigkeit durch Verminderung der Festigkeit eine Einbuße. Sind jedoch für dauerhafte Papiere Mindestfestigkeitswerte vorgeschrieben, so wird dem Zusatz von Füllstoffen ohne weiteres eine Grenze gesetzt, so daß sich weitere Vorschriften nach dieser Hinsicht erübrigen.

## 3. Prüfung auf Dauerhaftigkeit.

**a) Natürliche Alterungsversuche.** Der erste Versuch, sich ein Urteil über die Dauerhaftigkeit von Urkunden- und Aktenpapieren in Abhängigkeit von der

<sup>1</sup> Zellstoff u. Papier **13** (1933) S. 72.

<sup>2</sup> MINOR: Zellstoff u. Papier **12** (1932) S. 241, 278. — SHAW, BICKING u. O'LEARY: Paper Trade J. Bd. 101 (1935) Nr. 20, S. 31.

<sup>3</sup> SHAW, BICKING u. O'LEARY: Paper Trade J. Bd. 101 (1935) Nr. 20, S. 31.

<sup>4</sup> MINOR: Zellstoff u. Papier **12** (1932) S. 241, 278.

<sup>5</sup> RASCH: Paper Trade J. Bd. 88 (1929) Nr. 8, S. 233.

<sup>6</sup> Bureau of Standards: Research Paper 574. — SCHAW, BICKING u. O'LEARY: Paper Trade J. Bd. 101 (1935) Nr. 20, S. 31.

<sup>7</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. **63** (1932) S. 607.

<sup>8</sup> Bureau of Standards: Research Paper 574 und News Bulletin of the Paper Sektion July 1935.

Stoffbeschaffenheit bilden zu können, wurde an mehr als 1000 Normalpapieren der Stoffklassen I bis III unternommen, die in den Jahren 1889 bis 1891 im *Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem* auf Antrag von Behörden auf Festigkeit und Dehnung geprüft worden waren und nach 12- bis 15jähriger Lagerung einer zweiten Prüfung unterzogen wurden<sup>1</sup>. Dabei hatte sich im Durchschnitt eine Abnahme der Festigkeit um 5% und der Dehnung um 10 bis 12% ergeben. Die Papiere der Stoffklasse I (Hadernpapiere) hatten sich zwar im allgemeinen etwas besser verhalten als die hadernhaltigen und Zellstoffpapiere der Stoffklassen II und III, die Unterschiede waren aber nicht derartig, daß daraufhin sichere Rückschlüsse zugunsten der Papiere einer der drei Stoffklassen gezogen werden konnten. Da es sich bei diesen Versuchen nur um Restproben handelte, hatte das Material nicht ausgereicht, um den damals üblichen Handknitterversuch, der wahrscheinlich besseren Aufschluß gegeben hätte, zu wiederholen.

Zu ähnlichen Ergebnissen wie das deutsche kommt das *schwedische Materialprüfungsamt* im Jahre 1925 bei der Untersuchung von Normalpapieren, die 10 bis 12 Jahre gelagert hatten. Da hierbei die Prüfung auf Falzwiderstand mit herangezogen wurde, ergab sich eine deutliche Überlegenheit der Hadernpapiere gegenüber den aus gebleichtem Sulfitzellstoff hergestellten Papieren<sup>2</sup>.

Spätere von MINOR<sup>3</sup> ausgeführte Versuche über das Verhalten von Papieren bei natürlicher Alterung fielen ebenfalls zugunsten der Hadernpapiere aus. Bei diesen Versuchen handelte es sich um einen Vergleich einer größeren Anzahl *Hadernpapiere* aus neuen Abschnitten mit Papieren aus *veredeltem Sulfitzellstoff* und *gewöhnlichen Sulfitzellstoffpapieren*. Die Proben waren bis zu 30 Monaten in 12 verschiedenen Gegenden der Einwirkung verschiedener atmosphärischer Bedingungen und auch dem Einfluß von Industriegasen freihängend ausgesetzt worden. Aus den in der Arbeit aufgeführten Einzelergebnissen errechnen sich für die Proben, die an drei Stellen unter normalen atmosphärischen Bedingungen aufbewahrt worden waren, folgende Durchschnittswerte für den Falzverlust:

Hadernpapiere aus neuen Abschnitten . . . .	1,1%
Papiere aus veredeltem Sulfitzellstoff . . . .	33,4%
Papiere aus gewöhnlichem Sulfitzellstoff . . . .	52,1%

**b) Künstliche Alterungsversuche.** Da die natürliche Alterung von Papier nur sehr langsam vor sich geht, so daß lange Zeiträume notwendig sind, um die Veränderungen der Eigenschaften verfolgen zu können, hat man versucht, sie durch eine beschleunigte künstliche zu ersetzen. Am gebräuchlichsten ist die sog. „*Ofenalterung*“, bei der das Papier mehrere Tage einer erhöhten Temperatur ausgesetzt wird; daneben wird auch die „*Lichtalterung*“ unter Einwirkung von *ultraviolettem* Licht angewendet. Maßgebend für die Beurteilung der Alterungsbeständigkeit ist die Veränderung der mechanischen Eigenschaften (Falzverlust) und der chemischen Konstanten (Abnahme des  $\alpha$ -Cellulosegehaltes und der Viskosität sowie Zunahme der Kupferzahl und der Azidität). Nach Feststellungen von MINOR läßt ein wesentlicher Abfall des  $\alpha$ -Cellulosegehaltes während der Erhitzung auf eine geringe Alterungsbeständigkeit schließen, während ein nur mäßiger Abfall nicht zu entgegengesetzten Folgerungen berechtigt, da sowohl Hadern- als auch Sulfitpapiere beobachtet wurden, die bei der künstlichen Alterung erheblich an Festigkeit einbüßten, obgleich der  $\alpha$ -Cellulosegehalt nur in geringem Maße abgenommen hatte. Den besten Aufschluß über die Veränderungen der Fasereigenschaften sollen *Kupferzahl* und *Viskosität* geben,

<sup>1</sup> HERZBERG: Mitt. Mat. Prüf.-Amt Berlin Dahlem 1907, S. 82; 1911, S. 169.

<sup>2</sup> KÖHLER u. HALL: Svensk Papp. Tidn. 1925, Nr. 10, S. 240ff. Ref. Wbl. Papierfabr. 56 (1935) S. 1377 u. 1492; Papierfabrikant 23 (1925) S. 600.

<sup>3</sup> MINOR: Zellstoff u. Papier 12 (1932) S. 241 u. 278.



über die der *Azidität* der  $p_H$ -Wert. Erhebliches Ansteigen der *Gesamtsäure* soll meistens auf übermäßige Einwirkung von Wärme oder Licht zurückzuführen sein.

Die Ofenalterung wird im allgemeinen nach dem Vorbild des *Bureau of Standards* bei  $100^\circ$  während 72 h durchgeführt. Es ist jedoch festgestellt worden, daß sich Papiere verschiedener Alterungsbeständigkeit, bei dieser Temperatur geprüft, in einem anderen Verhältnis abstufen als bei niedriger Temperatur; das gleiche gilt, wenn einmal bei *trockner*, das andere Mal bei *feuchter Luft* erhitzt wird<sup>1</sup>. Voraussetzung für die Brauchbarkeit einer künstlichen Alterung ist jedoch, daß sie zu einer gleichen Bewertung der Papiere führt wie die natürliche Alterung. Dies trifft nach den bisherigen Untersuchungen weder für die Ofen- noch für die Lichtalterung in befriedigender Weise zu. Im Vergleich mit der natürlichen Alterung bewirkt nach MINOR die Ofenalterung bei Lumpenpapieren ohne Oberflächenleimung und bei Sulfitpapieren einen zu großen Falzverlust, ferner zu geringe Änderungen in der Viskosität, Kupferzahl, im  $p_H$ -Wert und im Gesamtsäuregehalt. Die Alterung mittels ultraviolettem Licht soll zwar eine gute Übereinstimmung geben in bezug auf die Änderungen in der Viskosität und im Gesamtsäuregehalt, jedoch nicht in der Kupferzahl und im  $p_H$ -Wert.

#### 4. Vorschriften für dauerhafte Papiere.

In der Normung von dauerhaften Papieren ist Deutschland allen anderen Ländern vorangegangen. Die ersten Vorschriften stammen aus dem Jahre 1886 und sind in den „*Grundsätzen für die amtliche Papierprüfung*“ niedergelegt. Wenn auch diese zur Sicherung der Behördenarchive aufgestellten Bestimmungen im Laufe der Zeit manche Abänderungen erfahren haben, so ist doch auch in ihrer neusten Fassung (Normblatt DIN 827, 2. Ausgabe 1941) nicht von dem bisherigen Grundsatz abgewichen worden, daß für besonders wichtige, dauernd aufzubewahrende Urkunden ausschließlich Hadernpapiere zu verwenden sind. Papiere aus einer Mischung von Hadern und Zellstoff oder aus Zellstoff allein sind für Urkunden und Akten vorgesehen, an die hinsichtlich Lebensdauer etwas geringere Ansprüche gestellt werden können. Gewähr für die Verarbeitung von nur einwandfreien Rohstoffen bieten die vorgeschriebenen Mindestwerte für die Festigkeitseigenschaften.

Diesem Vorgehen haben sich verschiedene andere Länder angeschlossen. Auch das amerikanische *Joint Committee on Printing Specifications* schreibt für dauerhafte Papiere die Verarbeitung neuer Hadern vor. Ferner soll der  $p_H$ -Wert zwischen 5 und 7 liegen, der Harzgehalt nicht mehr als 1,2% betragen<sup>2</sup>.

In ähnlicher Richtung bewegen sich die Forderungen der englischen *Library Association*<sup>3</sup>. Danach werden für Werkdruckpapiere je nach dem Grad der erforderlichen Dauerhaftigkeit zwei Hauptklassen vorgeschlagen. Zur Herstellung der zur Klasse 1 gehörigen Papiere sind nur weiße, gelbliche oder ungebleichte Lumpen von Leinen oder Baumwolle, Rohbaumwolle oder Flachs zu verwenden. Der Stoff ist gut auszuwaschen und von Bleichrückständen zu befreien. Der Zusatz von Alaun ist auf ein Mindestmaß herabzudrücken; der  $p_H$ -Wert soll 5,5 bis 6 betragen. Mineralische Füllstoffe sollen nicht zugesetzt werden. Eisensalze dürfen nicht oder nur in Spuren vorhanden sein. Diese Klasse gilt für Papiere, von denen „absolute“ Dauerhaftigkeit gefordert wird; für die besten Bücher, insbesondere für Luxusausgaben, soll handgeschöpftes und oberflächengeleimtes Papier der Klasse 1 verwendet werden. — Papiere der Klasse 2 werden

<sup>1</sup> MINOR: Siehe S. 284, Fußnote 2.

<sup>2</sup> Paper Trade J. Bd. 94 (1932) Nr. 23, S. 59.

<sup>3</sup> The Library Association, 26—27 Bedford Square, London W. C. 1. „The Durability of Paper.“

für solche Bücher und Druckschriften empfohlen, die eine „relative“ Dauerhaftigkeit aufweisen sollen und auf die Preisrückichten genommen werden müssen. Diese Klasse schreibt die Verwendung sorgfältig hergestellten und gut ausgewaschenen Zellstoffes vor. Der Aschengehalt soll nicht mehr als 5%, der Harzgehalt nicht mehr als 2% betragen. Eisensalze dürfen nur in Spuren vorhanden sein. Der Alaunzusatz ist nach Möglichkeit einzuschränken. — Für Papiere, an die hinsichtlich Lebensdauer etwas größere Ansprüche als an die der Klasse 2 gestellt werden, werden Stoffmischungen aus Lumpen und Zellstoff vorgeschlagen. Die Klassen der Papiere sind durch Wasserzeichen kenntlich zu machen.

Im Gegensatz zu den vorgenannten Bestimmungen schreibt das *Bureau of Standards* keinen bestimmten Faserstoff vor, sondern schließt nur ungebleichten Stoff und Holzschliff aus. Maßgebend für den zu verwendenden Faserstoff ist der  $\alpha$ -Cellulosegehalt und die Kupferzahl vor und nach der Erhitzung. Gemäß Research Paper Nr. 349<sup>1</sup> sollen dauerhafte Papiere folgende Vorschriften erfüllen:

Stoff: frei von ungebleichten Fasern und Holzschliff

$\alpha$ -Cellulosegehalt: mindestens 90%

Kupferzahl: höchstens 1,0

pH-Wert: nicht unter 4,5

Säurezahl: weniger als 25

Harzgehalt: höchstens 1,0%.

Nach 72stündiger Erhitzung bei 100° darf der  $\alpha$ -Cellulosegehalt höchstens um 1,5%, der Falz widerstand höchstens um 25% absinken und die Kupferzahl um nicht mehr als 0,5% anwachsen.

## XVII. Vergilbung.

**Allgemeines.** Als Vergilbung bezeichnet man die allmählich eintretende gelbliche oder bräunlich gelbe *Verfärbung* von Papier beim Lagern infolge Einwirkens von *Licht, Luft* und *Wärme*. Sie ist in mehr oder minder hohem Maße und in mehr oder weniger langen Zeiträumen bei fast allen Papieren zu beobachten<sup>2</sup>. Am schnellsten geht die Vergilbung bei Einwirkung von Licht oder Wärme vonstatten; werden diese beiden Faktoren ausgeschlossen, wird das Papier also unter Abschluß von Licht in ungeheizten Räumen aufbewahrt, so hält es sich lange unverändert.

Am leichtesten vergilben, wie bekannt, Papiere mit verholzten Fasern, also in erster Linie *holzschliffhaltige* Erzeugnisse; bei diesen bemerkt man schon nach kurzer Einwirkung von Sonnenlicht den Beginn der Vergilbung. Je mehr verholzte Fasern sie enthalten, um so stärker vergilben sie<sup>3</sup>.

Aber auch *holzfreie* Papiere zeigen mitunter ziemlich starke Vergilbung, die vorzugsweise durch die Anwesenheit von *Harz* und *oxydativen Cellulose-Abbauprodukten* verursacht wird.

a) Nach KLEMM<sup>4</sup> ist die Vergilbung holzfreier Papiere hauptsächlich an die Gegenwart von *harz- und fettsaurem Eisen* gebunden, wobei die Menge an

<sup>1</sup> Paper Trade J. Bd. 94 (1932) Nr. 23, S. 59.

<sup>2</sup> Vgl. KLEMM: Über die Farbbeständigkeit der Papiere. Klmsch's Jb. 1901, S. 32. — Außer der Änderung der Färbung tritt nach M. KOMETANI bei Einwirkung des Sonnenlichtes noch eine Veränderung des Leimungsgrades, der Festigkeitseigenschaften, der Kupferzahl und der Azidität ein [Cellulose Ind. 12 (1936) S. 35; Ref. Literatur-Auszüge der Zellstoff-, Papier- und Kunstseiden-Erzeugung, S. 10. Berlin 1938].

<sup>3</sup> Nach BAKKER ist die Vergilbung des Holzschliffes auf eine Oxydation des Lignins unter Bildung von Humussäuren zurückzuführen [Chem. Weekbl. 34 (1937) 543. Ref. Zellstoff u. Papier 18 (1938) S. 160].

Über vergilbungsartige Erscheinungen bei holzhaltigem Druckpapier, hervorgerufen durch Anilindämpfe (vermutlich aus der Druckerschwärze stammend) berichtet KLEMM [Papierztg. 46 (1921) S. 1954].

<sup>4</sup> KLEMM: Siehe Fußnote 2.

diesen Eisenseifen (0,0002 bis 0,01 g Eisen in 100 g Papier) als Maß für die Beurteilung der Vergilbungsneigung anzusehen ist. Bei der Untersuchung einer größeren Anzahl von Papieren hat KLEMM eine übereinstimmende Abstufung hinsichtlich des Verhaltens bei Belichtungsversuchen und des Gehalts an Eisen erhalten. Nach SCHOELLER<sup>1</sup> kann zwar harzsaures Eisen wegen seiner sehr hohen Lichtempfindlichkeit an der Vergilbung beteiligt sein; im allgemeinen kommt es aber in Papier in zu geringer Menge vor, um eine deutliche Verfärbung zu bewirken. Hingegen ist nach SCHOELLER das *Leimungsharz* stets ein wesentlicher Faktor bei der Vergilbung; wird vergilbtes Papier mit Äther-Alkohol extrahiert, so werden mit dem Leimungsharz auch die Vergilbungskörper entfernt und die Papiere erhalten ihre ursprüngliche Farbe mehr oder weniger wieder. Diese Auffassung wird auch in einer Mitteilung der *Italienischen Stazione Sperimentale*<sup>2</sup>, sowie von E. SEMMELBAUER<sup>3</sup> und ZSCHOKKE<sup>4</sup> vertreten, wobei jedoch keine Einhelligkeit über den Chemismus der Reaktion besteht. SCHOELLER zieht aus dem Umstand, daß er Vergilbung auch in Stickstoffatmosphäre beobachten konnte, den Schluß, daß es sich bei der Verfärbung des Harzes nicht um eine Oxydation handelt. Demgegenüber wird die Eigenvergilbung des Harzes sowohl in der obengenannten Mitteilung, als auch von SEMMELBAUER<sup>5</sup> auf einen Oxydationsprozeß zurückgeführt.

b) Papiere aus überbleichten und schlecht ausgewaschenen Halbstoffen, die *Oxycellulose* enthalten, neigen bekanntlich mehr oder weniger zur Vergilbung, was von SCHOELLER ebenfalls zum Gegenstand von Untersuchungen gemacht wurde<sup>6</sup>.

### 1. Nachweis und Bestimmung von Beimengungen, die Vergilbungsneigung holzfreier Papiere hervorrufen.

**Eisen<sup>7</sup>.**  $\alpha$ ) Nach KLEMM<sup>8</sup> werden die Eisenseifen mit einem Gemisch von 1 Teil Alkohol und 2 Teilen Äther im Soxhlet aus dem Papier (3 g) extrahiert. Der Auszug wird eingedampft und geglüht; der Glührückstand wird mit Salpetersäure aufgenommen und zur Bestimmung des Eisens verwendet. Hierzu kann das kolorimetrische Rhodanammoniumverfahren nach LUNGE und v. KÉLER<sup>9</sup> Verwendung finden.

Es erlaubt die Bestimmung auf eine Genauigkeit von  $\pm 0,000001$  g Eisen, wenn 5 cm<sup>3</sup> des Auszuges zur Untersuchung benutzt werden. Die Gesamtmenge des vorhandenen Eisens darf aber nicht mehr als 0,00002 g betragen<sup>10</sup>. Ist mehr Eisen vorhanden, und hat man den Auszug so hergestellt, daß 5 cm<sup>3</sup> 1 g Papier entsprechen, so muß man entweder den Auszug entsprechend verdünnen, oder aber das Eisen in anderer Weise bestimmen.

In einfacher, wenn auch nicht so einwandfreier Weise, kann man den Versuch ausführen, wenn man die Eisenseifen mit Natronlauge auszieht. Hierbei treten

<sup>1</sup> SCHOELLER, V.: Über Vergilben von Papier. Diss. München 1912. SCHOELLER ging bei seinen Versuchen von Papieren bekannter Zusammensetzung aus, die teils dem Sonnenlicht ausgesetzt, teils im Trockenschrank bei 95° erhitzt wurden. In beiden Fällen ergab sich hinsichtlich der Vergilbung annähernd die gleiche Abstufung der Proben.

<sup>2</sup> 1929, Nr. 2.

<sup>3</sup> SEMMELBAUER, E.: Papierfabrikant **31** (1933) S. 187.

<sup>4</sup> ZSCHOKKE: Wbl. Papierfabr. **44** (1913) S. 2976.

<sup>5</sup> Die Oxydation erfolgt nach SEMMELBAUER an den beiden Doppelbindungen des Harzsäuremoleküls und führt zu gelbbraun gefärbten Zwischenprodukten.

<sup>6</sup> SCHOELLER: Siehe Fußnote 1.

<sup>7</sup> Über die Bestimmung des säurelöslichen Eisens in Papier nach der „Tappi“-Methode vgl. Paper Trade J. Bd. 98 (1934) Nr. 3, S. 37.

<sup>8</sup> KLEMM: Papierztg. **27** (1902) S. 961 u. Wbl. Papierfabr. **33** (1902) S. 810.

<sup>9</sup> LUNGE u. v. KÉLER: Z. angew. Chem. 1906, S. 3.

<sup>10</sup> Nach KLEMMs Angaben hat die Firma Schopper-Leipzig ein Eisenkolorimeter mit 20 Farbabstufungen hergestellt, durch dessen Benutzung man sich die Titration der Eisenlösung ersparen kann.

vielfach Zersetzungen ein und man wird daher dieses Verfahren nur wählen, wenn es sich um eine schnelle Orientierung und annähernde Schätzung handelt.

Man kocht 1 g Papier im Reagensglas mit 5 cm<sup>3</sup> einer 1%igen alkoholischen Natronlauge, gießt die mehr oder weniger stark gelbgefärbte Flüssigkeit, welche nunmehr die organischen Eisenverbindungen enthält, in ein anderes, zuvor mit Salzsäure sorgfältig gereinigtes Glas und fügt Salpetersäure bis zur deutlich sauren Reaktion hinzu; dabei fällt das zur Leimung verwendete Harz aus. Hierauf versetzt man die Lösung mit ungefähr 2 cm<sup>3</sup> einer 10%igen Rhodan ammoniumlösung, wodurch sie sich bei Gegenwart von Eisen mehr oder weniger rot färbt. Zum Schluß setzt man noch 4 cm<sup>3</sup> Äther hinzu und schüttelt tüchtig durch. Der sich an der Oberfläche ansammelnde Äther nimmt den roten Farbstoff auf und zeigt nun eine der Farbabstufungen von blaßrot bis blutrot. Je dunkler die Farbe, um so mehr ist das Papier des Vergilbens fähig.

β) *Titantrichloridmethode*. Die Asche von etwa 10 g Papier wird mit Kaliumbisulfat aufgeschlossen und darauf die Schmelze mit 150 cm<sup>3</sup> verdünnter Salzsäure aufgenommen, mit 4 cm<sup>3</sup> Kaliumrhodanidlösung<sup>1</sup> versetzt und bei Zimmer-temperatur mit Titantrichloridlösung<sup>2</sup> bis zur Entfärbung titriert.

γ) Von WITTELS und WELWART<sup>3</sup> wurde ein von GINTL angegebenes Verfahren<sup>4</sup> wegen seiner leichten Ausführbarkeit und hohen Genauigkeit zur Bestimmung von Eisen in Papier vorgeschlagen. Es besteht darin, daß in der mit Schwefelsäure versetzten wäßrigen Lösung der Kaliumbisulfatschmelze das Ferrisalz durch eine mit Wasserstoff gesättigte Palladiumspirale zu Ferrosalz reduziert und mit 0,01 n Kaliumpermanganatlösung titriert wird.

**Qualitativer Nachweis von Oxycellulose.** Eine Probe des Papiers (0,5 g) wird mit 10 cm<sup>3</sup> 2%iger Natronlauge einige Minuten im Reagensglas gekocht. Bei Anwesenheit von oxydativen Abbauprodukten färbt sich die Lauge zitronengelb bis bräunlichgelb, wobei die Intensität der Färbung einen Rückschluß auf die Menge der vorhandenen Oxycellulose zuläßt.

Beim Eintauchen in heiße ammoniakalische Silberlösung<sup>5</sup> färben sich Papiere aus überbleichten Halbstoffen gelblichbraun bis braun an, ohne sich bei einer darauffolgenden Behandlung mit Ammoniak wieder völlig zu entfärben.

## 2. Praktische Prüfung auf Vergilbungsneigung.

Das Ergebnis der chemischen Untersuchung kann zwar Hinweise für die Ursache der Vergilbungsneigung geben, eine sichere Voraussage des Verhaltens beim Belichten und Erwärmen ist jedoch auf diesem Wege nicht möglich. Einwandfreie Ergebnisse sind deshalb nur auf Grund praktischer Versuche zu erwarten.

Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem wird als Maß für die Vergilbungsneigung die Abnahme des *Weißgrades* (vgl. S. 262) angesehen, die bei längerer Einwirkung des Sonnenlichtes eintritt. Die Belichtung erfolgt hierbei in gleicher Weise wie bei der Bewertung der Lichteinheit (vgl. S. 270), gegebenenfalls unter Heranziehung von Vergleichsproben.

Als Kurzprüfung kommen *Erwärmungsversuche* in Betracht, wobei jedoch zu beachten ist, daß das Verhalten der einzelnen Papierproben beim Belichten

<sup>1</sup> 50%ige Lösung.

<sup>2</sup> 20 cm<sup>3</sup> käufliche Titantrichloridlösung (10- bis 15%ig) wird 1/4 h mit 50 cm<sup>3</sup> konzentrierter Salzsäure gekocht und mit 2 Liter ausgekochtem destilliertem Wasser verdünnt; die Vorratsflasche und die Bürette sollen mit Wasserstoff oder Stickstoff gefüllt sein. — Die Einstellung der Titrierlösung geschieht gegen Eisenoxyd nach BRAND.

$$1 \text{ cm}^3 \text{ TiCl}_3\text{-Lösung} \sim 0,0005 \text{ g Fe} = f; \quad \% \text{ Fe} = \frac{\text{cm}^3 \text{ Verbrauch} \cdot f}{\text{Papierleinwaage}} \cdot 100.$$

<sup>3</sup> WITTELS u. WELWART: Zbl. Pap.-Ind. 1909, S. 603—604.

<sup>4</sup> GINTL: Z. angew. Chem. 1902, S. 398.

<sup>5</sup> 10 g Silbernitrat werden in 100 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser gelöst und mit soviel Ammoniak versetzt, bis sich der entstandene Niederschlag wieder löst.

und Erwärmen nicht in allen Fällen übereinstimmt. Sichere Rückschlüsse auf die Vergilbungsneigung bei Lichteinwirkung können daher aus den Ergebnissen der Erwärmungsversuche allein nicht gezogen werden. — Im Amt erfolgt die Erhitzung bei einer Temperatur von 95° auf die Dauer von 4, 8, 16 usw. h.

## Sonderverfahren.

### Radierbarkeit.

Von einem guten Schreibpapier verlangt man, daß es sich auch auf radierten und wieder geglätteten Stellen beschreiben läßt, ohne daß diese Stellen nachher besonders auffallen. Diese Eigenschaft kann nur durch geeignete Mahlung des Stoffes und sorgfältige Leimung der Papiermasse erzielt werden. Papiere, die nur im Bogen mit Tierleim geleimt sind, zeigen diese Eigenschaft nicht, da sie im Innern eine nicht oder nicht voll geleimte Schicht haben. Radiert man auf derartigen Papieren und beschreibt die radierten Stellen nach dem Glätten wieder, so dringt die Tinte in den ungeleimten Teil des Blattes ein und verläuft hier. Man leimt daher Papiere, die eine besonders hohe Radierbarkeit besitzen sollen, vielfach im Stoff mit Harzleim und im Bogen oder in der Bahn mit Tierleim.

Bei harzgeleimten Papieren ist bei richtiger Durchführung der Leimung die ganze Masse des Blattes geleimt, so daß es auch an Stellen beschreibbar ist, an denen durch Radieren eine mehr oder weniger dicke Schicht entfernt wurde.

Der beste Weg, sich über die Radierbarkeit eines Papiers zu unterrichten, ist der, es zu beschreiben, Teile der Schrift nach dem Trocknen durch Rasur zu entfernen und die radierten Stellen wieder zu beschreiben, nachdem man sie geglättet hat. Meist wird dann das Beschreiben ohne Auslaufen der Schrift möglich sein; es gibt aber auch im Stoff geleimte Papiere, die im ursprünglichen Zustande gute und scharfe Schriftzüge geben und die Tinte nicht durchlassen, auf den radierten Stellen aber fließen.

Zur schnellen Feststellung der Radierbarkeit schlägt KLEMM<sup>1</sup> vor, das Papier flach so anzureißen, daß an der Rißstelle ein breites Abschälen stattfindet. Man zieht dann Tintenstriche bis auf den durch das schräge Abschälen bloßgelegten inneren Teil des Blattes. Bei gut geleimten Papieren läuft die Tinte hierbei weder aus, noch schlägt sie durch. Solche Papiere werden sich meist gut radieren lassen, vorausgesetzt, daß die Papieroberfläche beim Radieren nicht aufraut, was ja durch diesen Versuch nicht zum Ausdruck kommt.

Besonders hohe Ansprüche hinsichtlich Radierbarkeit und Tuschfähigkeit werden an Zeichenpapiere gestellt.

Bei der Prüfung auf Radierbarkeit verfährt man hierbei am besten folgendermaßen: unter Verwendung von schwarzer Ausziehtusche werden mit der Ziehfeder  $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$  und  $\frac{3}{4}$  mm breite Striche gezogen und diese nach dem Trocknen zu einem Teil mit hartem Gummi, zum anderen mit einem Radiermesser wegradiert. Darauf werden die radierten Stellen, nachdem man sie in üblicher Weise wieder geglättet hat, erneut mit Strichen wie vorher bezogen. Papiere von guter Radierfähigkeit lassen die Tusche auch bei  $\frac{3}{4}$  mm breiten Strichen nicht auslaufen.

Zur Beurteilung der *Tuschfähigkeit* werden Flächen gleicher Größe (etwa 4 × 7 cm) mit den beim technischen Zeichnen gebräuchlichen Wasserfarben angelegt. Die angelegten Farben müssen sich durch Radieren oder Waschen

<sup>1</sup> KLEMM: Handbuch der Papierkunde, 3. Aufl., Leipzig 1923, S. 311.

fast vollständig entfernen und die behandelten Flächen von neuem ohne starke Fleckenbildung wieder anlegen lassen.

Ob und in welchem Maße sich die Oberfläche eines Papiers beim Radieren oder Abwaschen ändert, läßt sich auch in anschaulicher Weise mit dem auf S. 251 beschriebenen Schräglicht-Oberflächenprüfer nach BRECHT-STAEDEL<sup>1</sup> feststellen und photographisch festhalten.

### Unterscheidung zwischen echtem und unechtem Pergamentpapier<sup>2</sup>.

*Echtes Pergamentpapier (vegetabilisches Pergament)* ist ein holzfreies Papier<sup>3</sup>, das eine hohe Fett-, Wasser-, Luftdichtigkeit und Wasserfestigkeit durch Behandlung mit konzentrierter Schwefelsäure oder Zinkchlorid infolge *Amyloid*-bildung erhalten hat<sup>4</sup>. Diesem echten Pergamentpapier können Ersatzpapiere äußerlich so ähnlich sein, daß man sie nicht immer ohne weiteres als solche erkennen kann. Hierzu gehören:

a) *Pergamentersatz- und Pergaminpapiere*, bei denen Fett-, Wasser- und Luftdichtigkeit durch weitgehende *Mahlung* erreicht wird. Diesen Papieren fehlt jedoch die dem Echtpergamentpapier eigene Wasserfestigkeit.

b) *Präparierte Papiere*, die durch *Imprägnierung oder Präparierung*, also durch Zusatzmittel besonderer Art, die obengenannten Eigenschaften erhalten haben, während beim echten Pergamentpapier lediglich eine chemisch-physikalische Veränderung der Fasern vorliegt.

Für die **Unterscheidung** kommen folgende Verfahren in Betracht:

**1. Kauprobe.** Pergamentersatz- und Pergaminpapiere verlieren beim Kauen ihren Zusammenhang und bilden einen Faserbrei, den man leicht zerpfücken kann; Pergamentpapier und in vielen Fällen auch die präparierten Papiere bleiben hierbei unverändert und können nicht zu Brei zerkaut werden.

**2. Wasserbehandlung.** Für die Unterscheidung zwischen echtem Pergamentpapier und Pergamentersatz- und Pergaminpapier hat der *Verband deutscher Pergamentpapierfabriken* folgende Anweisung gegeben<sup>5</sup>:

„Der Unterschied beider Arten läßt sich am sichersten dadurch ermitteln, daß man die Papiere in heißem Wasser einweicht; beim Herausnehmen aus diesem zeigt sich, daß das echte, mit Schwefelsäure behandelte Papier fest, zäh und dehnbar bleibt, erst bei kräftigem Ziehen reißt und dann an der Reißstelle, wenn es gut pergamentiert wurde, keine oder, wenn es weniger stark pergamentiert wurde, nur wenige und kurze Fasern zeigt. Das imitierte oder unechte Pergamentpapier (im Handel auch Pergamentersatz, fettreiches Pergamentpapier, fettreiches Butterpapier usw. genannt), welches direkt von der Papiermaschine kommt, verliert durch das Einweichen in heißem Wasser vollständig seine Festigkeit, läßt sich in feuchtem Zustande auseinanderziehen und zeigt an der beim langsamen Ziehen meist heller werdenden Stelle bzw. Reißfläche ganz deutlich die längeren und zahlreichen Fasern, aus denen das Papier zusammengesetzt ist. Bei nur ganz geringer Übung wird man stets sofort feststellen können, ob man es mit echtem oder unechtem (imitiertem) Pergamentpapier zu tun hat.“

<sup>1</sup> BRECHT u. STAEDEL: Papierfabrikant **30** (1932) S. 457.

<sup>2</sup> Über die Anforderungen an Pergamentpapier als Packmaterial für milchwirtschaftliche Produkte nach DIN Land 1082 vgl. G. SCHWARZ und B. HAGEMANN: Molkerei-Ztg. **56** (1942) Nr. 46, S. 693—695.

<sup>3</sup> Mikroskopische Untersuchung von Pergamentpapieren s. S. 34, S. 39 und S. 46.

<sup>4</sup> Dicke Pergamentpapiere werden meist durch Zusammenpressen mehrerer Lagen in nassem Zustand hergestellt. Man erkennt nach KLEMM an Querschnitten unter dem Mikroskop, ob dies der Fall ist. Die verschiedenen Schichten lassen sich in Chlorzinkjodlösung meist deutlich unterscheiden. (KLEMM: Papierkunde, 3. Auflage, S. 320. Leipzig 1923.)

<sup>5</sup> Unterscheidungsmerkmale für echtes und imitiertes Pergamentpapier. Wbl. Papierfabr. **41** (1910) S. 3568.

Bei der Beurteilung des mehr oder weniger faserigen Risses der Papiere ist Vorsicht geboten. Der Riß ist bei Pergamentpapier nur dann faserfrei, wenn das Rohpapier völlig durchpergamentiert wurde, wie es ja wohl meist der Fall ist. Hat aber die Pergamentierflüssigkeit nur oberflächlich eingewirkt, sei es, daß der Prozeß absichtlich so geleitet wurde, sei es, daß es sich um ein Versehen handelt, so bleibt in der Mitte des Blattes eine Schicht erhaltener Fasern, die an den Rißstellen einen deutlichen Faserrand geben. Derartige Risse können dann fälschlicherweise zu der Annahme führen, daß das Papier nicht pergamentiert ist.

Für die Unterscheidung der *präparierten Papiere* von Echtpergamentpapier ist diese Methode nicht geeignet, da sie ebenfalls wasserbeständig sind.

**3. Behandlung mit Natronlauge.** Man kocht eine Probe des Papiers in 2- bis 3%iger Natronlauge und rührt hierbei kräftig um. Pergamentersatz- und Pergamentpapiere zerfallen hierbei und liefern einen mehr oder weniger feinen Faserbrei, präparierte Papiere vielfach erst nach einer Vorbehandlung mit Säure<sup>1</sup>. Echtpergamentpapier behält seine Form, gibt keine Fasern ab und kann aus der Lauge so wieder herausgenommen werden, wie es hineingelegt wurde.

**4. Nachweis von Amyloid.** a) *Makroskopisches Verfahren nach BOHM*<sup>2</sup>. Verwendet werden folgende Lösungen:

50 g Zinkchlorid in 50 cm<sup>3</sup> Wasser,  
7,5 g Jodkalium und 5 g Jod in 1000 cm<sup>3</sup> Wasser.

Kurz vor dem Gebrauch mischt man gleiche Teile der beiden Lösungen und taucht einen Streifen des zu prüfenden Papiers  $\frac{1}{2}$  bis 1 min in das Reagensgemisch. Pergamentpapiere färben sich hierbei *tief blauviolett bis blau*, Ersatzpapiere *gelbbräunlich bis hellrotviolett*. Die Färbung ist unmittelbar nach dem Tauchen am kräftigsten, um nach kurzer Zeit zu verblassen. Voraussetzung für die Unterscheidung ist die Abwesenheit von Stärke und Dextrin, da diese Stoffe ebenfalls eine blaue bzw. violette Färbung ergeben. In Zweifelsfällen muß daher der Nachweis von Amyloid auf mikroskopischem Wege versucht werden.

b) *Mikroskopischer Nachweis nach SCHULZE*<sup>3</sup>. Man verfährt folgendermaßen:

Ein Klümpchen des durch Behandlung mit Kaliumpermanganat<sup>4</sup> gewonnenen Faserbreies wird auf einen Objektträger gebracht. Dann fügt man 1 bis 2 Tropfen Jodjodkaliumlösung<sup>5</sup> hinzu und verteilt die Fasern in der Lösung; nach einigen Sekunden wird die Jodlösung mit Fließpapier wieder abgesaugt. Gibt man nun 2 bis 3 Tropfen Wasser hinzu, zeigt sich Amyloid durch Blaufärbung an, die sich allmählich verstärkt, um schließlich wieder langsam zurückzugehen. Etwa vorhandene Stärke kann an der Struktur erkannt werden.

**5. Untersuchung im polarisierten Licht.** Nach SALVATERRA und NOSS<sup>6</sup> ist eine Unterscheidung von Echtpergamentpapier und Ersatzpergamentpapieren unter Benutzung von polarisiertem Licht möglich. Mit einem Mikrotom hergestellte Dünnschnitte werden in Paraffinöl eingebettet und unter dem Polarisationsmikroskop betrachtet. Echtpergamentpapier zeigt dann im Gegensatz zu Ersatzpapier im Querschnitt innerhalb heller Ränder eine dunkle Mittelschicht.

Da aber, wie SALVATERRA und NOSS mitteilen, *Pergaloidpapier*, das ein präpariertes Papier darstellt, das gleiche mikroskopische Bild ergibt, wie echtes Pergamentpapier, können nach diesem Verfahren präparierte Papiere von echtem Pergamentpapier nicht unterschieden werden.

**6. Englische Zollvorschrift.** Die englischen Zollbehörden stellen an Pergamentpapier folgende Anforderungen: „Echtes vegetabilisches Pergament wird aus ungeleimtem Papier durch Behandlung mit Schwefelsäure oder anderen geeigneten Chemikalien hergestellt.

<sup>1</sup> Vgl. S. 34.

<sup>2</sup> BOHM, E.: Z. Untersuchg. Lebensmitt. **76** (1938) S. 362.

<sup>3</sup> SCHULZE, B.: Papierfabrikant **33** (1935) S. 165.

<sup>4</sup> Vgl. S. 34. <sup>5</sup> Vgl. S. 36.

<sup>6</sup> SALVATERRA u. NOSS: Papierfabrikant **32** (1934) S. 371.

Pergamentpapier darf nicht auseinanderfallen, wenn man es 15 min in einer 10%igen Ätznatronlösung kocht und dann 1 min lang das Kochgefäß mit dem Inhalt kräftig schüttelt. Bei der Berstdruckprüfung (auf einem der bekannten Apparate von MULLEN, ASHCROFT u. a.) soll das Verhältnis der am nassen und trocknen Papier festgestellten Berstdruckwerte mindestens 0,3 betragen. Das Nässen erfolgt durch 15 min langes Einlegen der Probestücke in Wasser von etwa 80° C. Geprüft werden 10 trockne und 10 nasse Abschnitte; die Mittelwerte entscheiden. Das Papier darf weder Leim, Appretur, Mineralöl, verseifbare Stoffe, Wachs noch Harz enthalten. Geringe Mengen Glycerin oder Zucker zum Geschmeidigmachen des Pergamentpapiers sind zulässig. Im nassen Zustand muß das Papier nach dem Einreißen einen verhältnismäßig glatten, scharfen Rand zeigen; doch ist es belanglos, wenn gelegentlich einzelne Fasern im Reiß auftreten.“

### Unterscheidung handgeschöpfter Papiere von maschinell in Formen geschöpften.

Mit der Frage der Unterscheidung von Rauhrandpapieren, die einerseits nach dem alten Handverfahren aus der Bütte geschöpft wurden, andererseits auf maschinellern Wege unter Anwendung von Formen hergestellt waren, hat sich das Staatliche Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem auf Veranlassung des *Vereins Deutscher Papierfabrikanten* beschäftigt<sup>1</sup>. Geprüft wurden 10 aus 4 verschiedenen Fabriken stammende Papiere der ersten Art und 13 aus 3 verschiedenen Fabriken herrührende Papiere der zweiten Art.

Die Prüfung wurde beschränkt auf die Feststellung derjenigen Eigenschaften, bei denen am ehesten ein verschiedenes Verhalten der beiden Papierarten zu erwarten war. Zunächst wurden Reißlänge, Dehnung und Falzzahl festgestellt und das Verhältnis der Werte aus den beiden Hauptrichtungen berechnet. Ferner wurden die Längenänderungen der Papiere nach 5tägigem Lagern in absolut feuchter Luft sowie nach darauffolgendem 5tägigen Liegen in Luft von 65 % Feuchtigkeit bestimmt und weiter nach dem Vorschlag von SINDALL<sup>2</sup> Probestreifen über Nacht zwischen feuchtes Löschpapier gelegt, gemessen, gewogen und auf Feuchtigkeit geprüft.

Die Ergebnisse der Prüfungen sind in einer Mitteilung des Materialprüfungsamtes<sup>1</sup> in 3 Tabellen niedergelegt; sie lassen sich dahin zusammenfassen, daß es nicht gelungen ist, Unterscheidungsmerkmale zwischen den Hand- und Maschinenpapieren aufzufinden. Die Maschinenpapiere stimmten in bezug auf die Schwankungen in der Reißlänge, Dehnung, Falzzahl usw. mit den Handpapieren so überein, daß eine Unterscheidung auf Grund ihrer *inneren* Eigenschaften ausgeschlossen erscheint.

### Unterscheidung natürlicher und künstlicher Wasserzeichen.

Unter Wasserzeichen versteht man bekanntlich diejenigen Zeichen, Buchstaben, Figuren usw. eines Papiers, welche im durchfallenden Licht heller oder dunkler erscheinen als die übrigen Teile des Blattes. Erzeugt werden sie durch Eindringen der Zeichen in das Papier. Erfolgt dieses Eindringen auf der Papiermaschine oder auf dem Schöpfsiebe in das noch nasse Papier, so erhält man das „natürliche“ Wasserzeichen, erfolgt es in das fertige Papier, das „künstliche“.

Man wird zwar in den meisten Fällen ohne Schwierigkeiten zu erkennen vermögen, welche Art Wasserzeichen vorliegt; immerhin gibt es Fälle, in denen eine Entscheidung nicht mit Sicherheit getroffen werden kann.

<sup>1</sup> Handgeschöpftes Büttenpapier von maschinengeschöpftem zu unterscheiden. *Papierztg.* **34** (1909) S. 3634 u. *Wbl. Papierfabr.* **40** (1909) S. 3821.

<sup>2</sup> SINDALL: Imitierte Handpapiere. *Papierfabrikant* **7** (1909) S. 387.



Ein einfaches Mittel zur Unterscheidung bietet die Behandlung des Papiers mit starker *Natronlauge*. Hierzu hat sich eine Natronlauge aus 30 g NaOH auf 100 g Wasser gut bewährt, eine bestimmte Konzentration ist jedoch nicht erforderlich. Wenn man Papier mit natürlichem Wasserzeichen in solche Lauge bringt, so tritt das Wasserzeichen nach kurzer Zeit sehr viel deutlicher hervor und bleibt auch bei längerem Liegen des Papiers in der Lauge stets deutlich sichtbar; behandelt man in derselben Weise Papier mit künstlichem Wasserzeichen, so verschwindet dieses nach kurzer Zeit vollständig aus dem Papier.

Die Ursache des Verschwindens ist in dem Aufquellen der zusammengepreßten Fasern bei Berührung mit Lauge zu suchen; da wir es bei dem natürlichen Wasserzeichen mit einer weniger bzw. mehr Stoff als die benachbarten Teile enthaltenden Schicht zu tun haben, bei dem künstlichen aber nur mit einer zusammengepreßten, ebensoviel Stoff wie die benachbarten Teile aufweisenden, so ist hiermit die Erklärung der Erscheinung gegeben.

Als ein Mittelding zwischen natürlichen und künstlichen Wasserzeichen sind die sog. MOLETTE-Wasserzeichen<sup>1</sup> zu betrachten, die durch Eindrücken der auf Gummiringe aufgegossenen Zeichen auf der letzten Naßpresse oder auf einer zwischen der letzten Presse und dem ersten Trockenzylinder liegenden Walze aufgebracht werden. Ist hierbei die Stoffbahn noch verhältnismäßig feucht, so findet eine Stoffverdrängung statt und die Wasserzeichen verhalten sich in Natronlauge wie die natürlichen; bei trockner Bahn hingegen wird der Stoff durch das Eindrücken des Zeichens lediglich zusammengepreßt, so daß solche Wasserzeichen in Natronlauge verschwinden<sup>2</sup>.

Schließlich soll noch eine Nachahmung von Wasserzeichen Erwähnung finden, die durch Aufdruck von sog. *Wasserzeichenfarben* auf Papier erzeugt wird. Da die in den Druckmitteln enthaltenen Fettstoffe die bedruckten Stellen durchsichtig erscheinen lassen, kann auf diese Weise bei oberflächlicher Betrachtung der Eindruck eines Wasserzeichens erweckt werden, ein Mittel, dessen sich auch Fälscher von Wertpapieren und Banknoten mitunter bedienen. Bei der Behandlung mit Natronlauge gehen diese Zeichen fast gänzlich zurück, um allmählich wieder zum Vorschein zu kommen, sie verhalten sich also hierbei ähnlich wie die natürlichen Wasserzeichen. Der Nachweis solcher Druckzeichen kann jedoch leicht erbracht werden durch Behandlung mit organischen Lösungsmitteln, wie Äther, Alkohol, Benzol, in denen sie fast augenblicklich verschwinden und auch nach dem Trocknen höchstens spurenweise wieder sichtbar werden.

<sup>1</sup> KORN, R.: Papierztg. **53** (1928) S. 1826. — Wbl. Papierfabr. **59** (1928) S. 718. — Papierfabrikant **26** (1928) S. 481.

<sup>2</sup> Nach DIN 827 2. Ausg. August 1941 muß das Wasserzeichen von Normalpapieren auf dem *Sieb* hergestellt sein.

Zweiter Teil.

## Zellstoff- und Holzschliff-Prüfung.

### I. Bestimmung der Faserabmessungen.

**Allgemeines.** Um sich ein Urteil über die Abmessungen der Fasern und Faserbruchstücke eines Fasermaterials zu bilden, sind zwei prinzipiell verschiedene Wege möglich:

das *Ausmessen* der Faserlängen und -breiten am *mikroskopischen Bilde* und die *mechanische Trennung* der Fasern in Gruppen verschiedener Länge durch *Siebanalyse*.

Beim *mikroskopischen Verfahren* kommt man zu Zahlenwerten für die mittleren und häufigsten Faserlängen und -breiten sowie, bei geeigneter Auswertung, zu einer anschaulichen Darstellung der Häufigkeitsverteilung. Es ist allein anzuwenden, wenn es sich um die Bestimmung der *natürlichen* Faserlänge eines Rohstoffes handelt, da nur bei diesem Verfahren die Möglichkeit besteht, die Messung auf Fasern mit natürlichen Enden zu beschränken.

Da die mikroskopische Methode für die Betriebskontrolle zu zeitraubend ist, wurde — zunächst für die Überwachung des Schleifprozesses — die *Sieb-analyse*<sup>1</sup> entwickelt, bei der eine Aufteilung des Stoffes durch Siebung unter Anwendung von Sieben bestimmter Maschenweite stattfindet. In der Folge hat sich diese Methode auch für die Kontrolle der mechanischen Beanspruchung der Zellstoffe bei der Aufbereitung und für eine Beurteilung des Mahlzustandes<sup>2</sup> als nützlich erwiesen, darüber hinaus aber auch für die Erforschung des Einflusses, den die einzelnen Faserlängengruppen (Siebfraktionen) und insbesondere die Anteile an Fasern und Faserbruchstücken geringster Länge (Feinstoff und Mehlstoff) auf die physikalischen, physikalisch-chemischen und technologischen Eigenschaften des Zellstoffes ausüben<sup>3</sup>.

#### 1. Mikroskopische Messung der Faserlänge und Faserbreite.

Die Messung erfolgt entweder unmittelbar am mikroskopischen Bilde oder an dessen Projektion auf einer Tischebene.

##### a) Unmittelbare Messung.

Hierzu ist ein Okularmikrometer erforderlich, das ist ein Okular, auf dessen Blende ein üblicherweise in 50 Teile geteilter, auf Glas geätzter feiner Maßstab liegt. Durch Verschieben der Augenlinse kann die Teilung scharf eingestellt werden. Die Eichung des Okularmikrometers erfolgt mit Hilfe eines Objekt-

<sup>1</sup> Eine Zusammenstellung der einschlägigen Literatur findet sich bei W. BRECHT u. R. TRENTSCHEL: Papierfabrikant **36** (1938) S. 462.

<sup>2</sup> DITTRICH, K. u. W. BOOS: Papierfabrikant **31** (1933) S. 439. — STEINSCHNEIDER, M., H. KROSS u. L. IMGRUND: Papierfabrikant **34** (1936) S. 178.

<sup>3</sup> WURZ, O. u. O. SWOBODA: Papierfabrikant **40** (1942) S. 22. — SCHMIDT, E.: Papierfabrikant **40** (1942) S. 56. — WULTSCH, F.: Papierfabrikant **40** (1942) S. 161.

mikrometers (1 mm in 100 Teilen) (vgl. Abb. 251). Bei der Durchführung der Prüfung werden Präparat und Okularmikrometer-Maßstab gleichzeitig gesehen; zur Messung wird jede Faser durch Drehen des Präparates so gestellt, daß sie senkrecht zu den Teilungsstrichen des Maßstabes steht. Gekrümmte Fasern müssen in einzelnen Teilen ausgemessen werden, doch ist das Ausmaß der Krümmungen auch bei geeigneter Führung des Objektträgers häufig nur abschätzbar. Dieses Verfahren vermag daher höheren Genauigkeitsansprüchen nicht zu genügen. Eine weitere Schwierigkeit besteht darin, daß selbst bei schwacher Vergrößerung immer ein Teil der Fasern den Durchmesser des Gesichtsfeldes überragt. Man muß nach charakteristischen Punkten an den betreffenden Fasern suchen, um beim Verschieben des Präparates die Strecken abteilen zu können. Weitere Nachteile liegen in dem für die benötigten zahlreichen Messungen erforderlichen Zeitaufwand und der starken Beanspruchung des Auges.

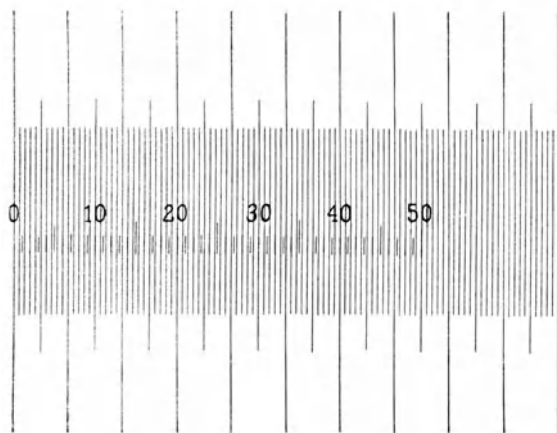


Abb. 251. Eichung des Okularmikrometers (bezzifert) mit dem Objektmikrometer (unbezzifert). 50 Teilstriche des Okularmaßstabes decken genau 75 Teilstriche des Objektmaßstabes; mithin beträgt der Teilwert des Okularmikrometers  $750 : 50 = 15 \mu$ . Diese Zahl ist für jedes Objektiv gesondert zu bestimmen. Auf genaue Einhaltung der bei der Eichung gewählten Tubuslänge ist bei allen späteren Messungen zu achten. Vergr. 72fach. (Nach HEERMANN u. A. HERZOG: Mikroskopische und mechanisch-technische Textiluntersuchungen.)

### b) Projektionsverfahren.

Die bei der unmittelbaren Messung auftretenden Mängel gaben zur Entwicklung des Projektionsverfahrens Veranlassung<sup>1</sup>, bei dem das Faserbild, wie einleitend erwähnt wurde, auf eine Tischfläche projiziert und mit einem biegsamen Metallmaßstab ausgemessen wird.

Im Handel sind mehrere Apparate für die Projektion von Faserbildern erhältlich, insbesondere die unter dem Namen *Promi* und *Promar*<sup>2</sup> bekannten Geräte der Firma

Seibert, Wetzlar, ferner das Zeißsche Lanameter, das „Mikrolyt“-Gerät<sup>3</sup> und das THOMMELSche Faserkino<sup>3</sup>. Im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem ist die nachstehend beschriebene, leicht zusammenstellbare Anordnung im Gebrauch (Abb. 252).

Ein durch Drehen einer Kurbel in vertikaler Richtung verstellbarer Tisch (*T*) trägt ein waagrecht gelagertes Mikroskop (*M*), das das benötigte starke Licht von einer Bogenlampe (*L*) über Küvette (*K*) und Sammellinse (*S*) empfängt. Der Objektträger mit dem zu prüfenden Fasermaterial wird von einem Objektführer (*F*) gehalten, der durch seine zwangsläufige Bewegung eine gleichmäßige Auswertung des Präparates und das Wiederfinden des verlassenen Gesichtsfeldes ermöglicht. Bei der Wahl der Optik wurde darauf geachtet, möglichst viel Fasern in ihrer ganzen Ausdehnung im Gesichtsfeld zu haben, was durch Verwendung des Zeißschen Objektivs  $a_2$  erreicht wird. Als Okular dient zur Vermeidung der Bildfeldkrümmung das Leitzsche Periplanokular 8 X. Mit Hilfe eines einfachen Umkehrprismas der Firma Busch (*P*) wird das entstehende Bild auf einen unter dem Mikroskop stehenden, mit weißem Papier bedeckten Tisch projiziert.

<sup>1</sup> Zuerst von BERGMAN und BACKMAN angewendet [Papierfabrikant 27 (1929) S. 449]. — Vgl. auch B. SCHULZE: Papierfabrikant 29 (1931) S. 231. — Zellstoff u. Papier 11 (1931) S. 24. — Wbl. Papierfabr. 62 (1931) S. 71.

<sup>2</sup> Wbl. Papierfabr. 64 (1933) S. 865.

<sup>3</sup> BRECHT, W.: AEG-Mitt. 1929, S. 784. — Zellstoff u. Papier 10 (1930) S. 28.

Von der Firma E. Leitz, Wetzlar, wurde in Zusammenarbeit mit dem Institut für Cellulosechemie an der Technischen Hochschule Darmstadt<sup>1</sup> ein besonders einfach aufgebautes Faserprojektionsgerät entwickelt. Es besteht aus einem Beleuchtungskopf, der an einer an der Wand befestigten Säule sitzt. Durch Veränderung der Höhe wird die gewünschte Vergrößerung (im allgemeinen 50fach) eingestellt. Unmittelbar unter dem Beleuchtungskopf ist ein Objektisch mit eingeschraubtem Objektiv und zwei Objektträgerklemmen angebracht. Das Bild wird auf ein senkrecht unter dem Projektor stehenden Tisch geworfen; das Einstellen der Bildschärfe geschieht durch Drehen der Objektivfassung. Die durch ein Deckglas ( $15 \times 15$  mm) abgegrenzte Fläche erscheint vollständig auf dem Bild, so dass sich ein Verschieben der Objektträger beim Ausmessen der Präparate erübrigt.

*Ausführung der Messung.* Im verdunkelten Zimmer wird die gewünschte Vergrößerung mit Hilfe der Projektion eines Objektmikrometer-Maßstabes ( $1 \text{ mm} = 100$  Teile) durch Heben oder Senken des die Projektionseinrichtung tragenden Tisches eingestellt (50fache Vergrößerung, die sich für die Längenmessung von Holzstoff bewährt hat, wird demnach erhalten, wenn einem Millimeter des Maßstabes 50 mm der Projektion entsprechen). Nach Einstellung der Vergrößerung befestigt man an Stelle des Mikrometermaßstabes ein Präparat des Fasermaterials im Objektführer. Am besten wird dieser so

eingestellt, daß man mit der einen Ecke des Präparates beginnen kann. An der Projektion werden zunächst alle mit beiden Enden im Gesichtsfeld erscheinenden Fasern und Faserbruchstücke in der Weise gemessen, daß ein biegsamer Metallmaßstab dem Verlauf der Fasern angepaßt wird. Die gemessenen Fasern streicht man auf der Papierunterlage aus<sup>2</sup>. Nach erfolgter Ablesung des Objektführerstandes an den beiden Nonien wird durch Weiterbewegen des Präparates die Messung der über die ursprüngliche Bildeinstellung hinausragenden Fasern nachgeholt. Nach jeder Messung kehrt man auf Grund der Nonieneinstellung zu dem ursprünglichen Stand zurück, streicht jede gemessene Faser ab und kommt so zu einer vollen Auswertung des ersten Bildabschnittes. Nach Weiterbewegung des Präparates durch Drehen des Objektführers und nach Unterlegen eines neuen Papierblattes beginnt man beim zweiten Bildabschnitt von neuem.

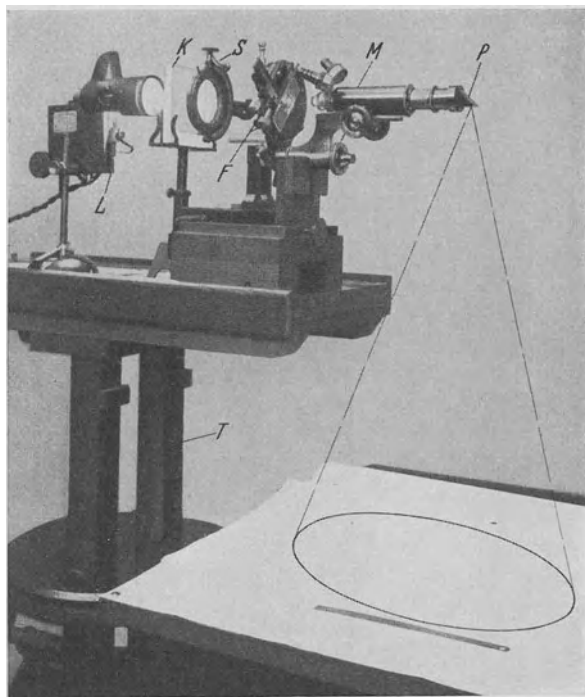


Abb. 252. Projektionseinrichtung für Fasermessungen.

<sup>1</sup> Nach einer privaten Mitteilung von G. JAYME.

<sup>2</sup> BRECHT und MORY zeichnen die Faserbilder auf die Unterlage und benutzen die Zeichnungen für die Messung [Zellstoff u. Papier **14** (1934) S. 492 u. **15** (1935) S. 150, 237].

### c) Herstellung der Präparate und Durchführung der Messung.

Um zu einem zuverlässigen Urteil über die Verteilung der Faserlängen im Versuchsmaterial zu kommen, ist die Herstellung der mikroskopischen Präparate mit besonderer Sorgfalt vorzunehmen. Es kommt hierbei vor allem darauf an, ein gutes Durchschnittsmuster zu erhalten und jede Faserkürzung durch mechanische Einwirkungen während der Probenvorbereitung zu vermeiden.

α) Nach SCHULZE<sup>1</sup> entnimmt man an verschiedenen Stellen mehrerer Bogen des Stoffes kleine Abschnitte, weicht diese in warmes Wasser ein und zieht darauf vorsichtig mit den Fingern Faserflöckchen von den verschiedenen Probestücken ab, die dann in einem Reagensglas vereinigt und durch Schütteln mit Wasser zerfasert werden. (Noch besser ist es, wenn man statt von trocknen Zellstoffpappen von noch feuchtem Stoff ausgehen kann.) Der Stoffbrei wird auf einem Sieb von mindestens 900 Maschen/cm<sup>2</sup> entwässert und in ein ESMARCH-Schälchen überführt. Hiervon werden kleine Anteile auf dem Objektträger mit verdünnter Chlorzinkjodlösung angefärbt und mit Platinnadeln sorgfältig verteilt, so daß ein liches Präparat entsteht.

β) Da es auf diese Weise schwierig ist, die Fasern so weitgehend zu verteilen, daß sie voneinander getrennt liegen, haben BERGMAN und BACKMAN<sup>2</sup> vorgeschlagen, eine dünne Faseraufschwemmung auf Filtrierpapier zu gießen und dieses nach dem Abtropfen des Verdünnungswassers auf eine Glasplatte zu pressen. Der weitaus größte Teil der Fasern bleibt auf der Platte haften und gelangt durch Projektion bzw. unmittelbar unter dem Mikroskop zur Messung. Der auf dem Filtrierpapier verbliebene kleine Anteil an meist kurzen Faserbruchstücken wird ebenfalls unter Benutzung des Okularmikrometers direkt gemessen. Hierzu ist erforderlich, daß entweder die Fasern gefärbt sind, oder schwarzes Filtrierpapier zur Anwendung kommt.

γ) BRECHT und MORY<sup>3</sup> beschreiben ein Verfahren, das sich an einen von CALKIN<sup>4</sup> gemachten Vorschlag anschließt. 3 bis 5 g absolut trocken gedachter Stoff werden in einer Literflasche mit destilliertem Wasser geschüttelt und durch schrittweises Verdünnen (Abgießen der halben Flüssigkeitsmenge und Wiederauffüllen auf das ursprüngliche Volumen) auf eine Stoffdichte von 0,005 % gebracht, die sich sowohl für kurz- als auch für langfaserige Stoffe als günstigste erwiesen hat<sup>5</sup>. Nach nochmaligem, gründlichem Schütteln werden mit einem Glasrohr, dessen unterer lichter Durchmesser mindestens 6 mm aufweist, 2 bis 3 Tropfen auf einen Objektträger gebracht, wobei es zweckmäßig ist, jeden Tropfen getrennt der Aufschwemmung zu entnehmen. Nach dem Eintrocknen im Trockenschrank (100°) werden die Präparate mit Chlorzinkjodlösung (1:2 verdünnt) gefärbt. Hierzu wird die Lösung auf ein Deckglas getropft und das getrocknete Präparat darauf gelegt. Bei der Messung wird die gesamte, durch das Deckglas begrenzte Fläche berücksichtigt. Die Präparate enthalten je nach Faserlänge 50 bis 200 Fasern.

δ) *Methode des Instituts für Cellulosechemie an der Technischen Hochschule in Darmstadt*<sup>6</sup>. Eine kleine Stoffprobe (0,5 g) wird fein zerzupft und mit gleichen Teilen Brillant-Kongoblau RRW und Natriumsulfat bei möglichst geringer Verdünnung 1 bis 2 min aufgekocht, vorsichtig aufgeschlagen und samt der Farbstofflösung auf 1 Liter verdünnt. Von dieser Aufschwemmung werden 100 cm<sup>3</sup>

<sup>1</sup> SCHULZE: a. a. O., S. 296.      <sup>2</sup> BERGMAN u. BACKMAN: a. a. O., S. 296.

<sup>3</sup> BRECHT u. MORY: a. a. O., S. 297.

<sup>4</sup> CALKIN: Paper Trade J. Bd. 91 (1930) Nr. 9, S. 44.

<sup>5</sup> Über den Einfluß der Verdünnung auf die Meßergebnisse vgl. BRECHT und MORY a. a. O., S. 297.

<sup>6</sup> Nach einer privaten Mitteilung von G. JAYME.

nochmals auf  $1000\text{ cm}^3$  aufgefüllt, so dass eine 0,005%ige Suspension erhalten wird.

Diese Konzentration ist so bemessen, daß die Präparate bei Nadelholz Zellstoffen nicht mehr als etwa 80 Fasern enthalten. Bei kurzfasrigen Stoffen ist die Einwaage zu verringern (0,1 bis 0,25 g), von langfasrigen Stoffen sind entsprechend mehr Präparate anzufertigen.

Nach gutem Aufrühren (Durchblasen von Luft!) wird ein Anteil mit einem Glasrohr von 6 mm lichtem Durchmesser herausgehoben; hiervon läßt man 5 Tropfen zurücklaufen und bringt den 6. Tropfen auf einen sauber gereinigten, mit Alkohol entfetteten Objektträger. Das Präparat wird bei  $70^\circ$  im Trockenschrank getrocknet, in einem Tropfen Wasser eingebettet und mit einem Deckglas ( $15 \times 15\text{ mm}$ ) bedeckt.

Für die Messung wird der LEITZsche Projektor (s. oben) benutzt. Nach dem Einstellen der Vergrößerung (Objektmikrometer!) werden die auf Zeichenpapier projizierten Fasern einzeln nachgezeichnet, wobei über das Deckglas hinausragende Fasern unberücksichtigt bleiben. Nach dem Zeichnen werden die Fasern ausgezählt und vermessen. Bruchstücke unter 0,1 mm Länge werden für sich gezählt, jedoch nicht vermessen. Die Anzahl der gemessenen Fasern soll mindestens 800 betragen.

#### d) Auswahl der Fasern.

Je nachdem, ob die natürliche Faserlänge des Rohstoffes bestimmt werden soll, oder ob eine Charakterisierung der Halbstoffe, deren Fasern durch den Aufbereitungsprozeß mehr oder weniger in Mitleidenschaft gezogen sind, oder ob schließlich eine Kontrolle von Mahlvorgängen beabsichtigt ist, sind bei der Messung nur Fasern mit natürlichen Enden oder auch alle im Präparat vorkommende Bruchstücke zu berücksichtigen.

#### e) Anzahl der Einzelmessungen.

Für die Anzahl der erforderlichen Einzelmessungen ist einerseits die angestrebte Genauigkeit des Ergebnisses, andererseits der Gleichmäßigkeitsgrad der Faserlängenverteilung maßgebend. Dieser ist im allgemeinen von der mittleren Faserlänge abhängig, und zwar ist die Verteilung bei kurzfasrigen Stoffen eine gleichmäßigere als bei langfasrigen. Man kommt daher nach BRECHT und MORY<sup>1</sup> bei kurzfasrigen Stoffen mit weniger Einzelmessungen aus als bei langfasrigen. Um durch Bildung des arithmetischen Mittels die mittlere Faserlänge mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,02\text{ mm}$  bestimmen zu können, werden von den genannten Autoren bei Kurzfaserstoffen etwa 400, bei Langfaserstoffen 600 Einzelmessungen als ausreichend angesehen. Diese Feststellungen decken sich mit Erfahrungen, die bei neueren Untersuchungen des Staatlichen Materialprüfungsamtes Berlin-Dahlem gewonnen wurden. Die genaue Ermittlung der Häufigkeitsverteilung (s. unten) erfordert nach BRECHT und MORY 1000 bis 2000 Einzelbeobachtungen.

#### f) Auswertung der Messungen.

Die Ergebnisse der Messungen werden üblicherweise durch die *mittlere* und *häufigste Faserlänge* und *-breite*, sowie durch die *Streuung* (Variationsbreite) der Meßwerte, am vollkommensten und anschaulichsten jedoch in Form von *Häufigkeitskurven* wiedergegeben. Hierzu sind die Meßwerte in Klassen gleicher Breite einzuteilen und die für jede Klasse errechnete relative (prozentuale) Häufigkeit des Vorkommens, bezogen auf die Gesamtzahl der Einzelmessungen, in ein Koordinatensystem mit den Klassenbreiten als Abszissenwerte über der Mitte der betreffenden Klasse einzutragen. Die so erhaltenen Punkte werden

<sup>1</sup> BRECHT u. MORY: a. a. O., S. 297.

entweder zu einem Stufendiagramm zusammengefügt oder durch einen Polygonzug bzw. durch eine stetige glatte Kurve verbunden (vgl. Abb. 253).

Werden bei der Messung nur Fasern mit natürlichen Enden berücksichtigt, und ist die Anzahl der Einzelmessungen ausreichend groß, so passen sich die Häufigkeitskurven mehr oder weniger der GAUSSSchen Verteilungskurve an, d. h. sie zeigen eine angenähert symmetrische Form mit nur einem ausgeprägten

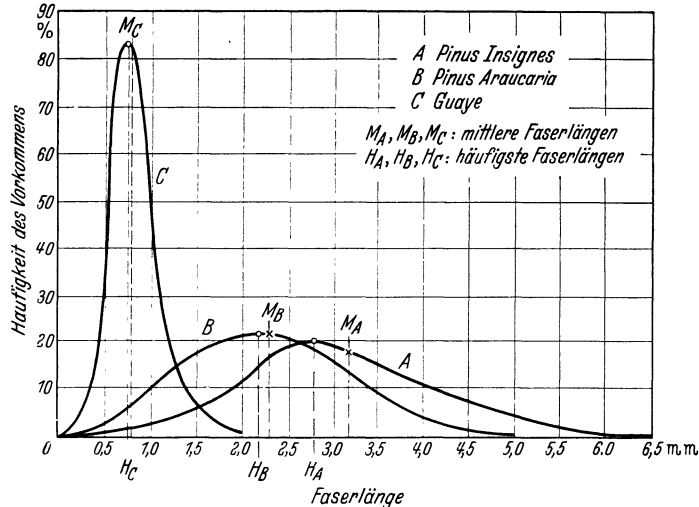


Abb. 253. Häufigkeitskurven für die Faserlänge von drei ungemahlten Zellstoffen. (Bei der Messung wurden nur Fasern mit unverletzten Enden berücksichtigt.)

Häufigkeitsmaximum und mit je einem Wendepunkt auf jedem Kurvenast. Mittlere und häufigste Faserlänge sind hier völlig oder nahezu identisch. Diese besondere Art der Verteilung läßt eine zahlenmäßige Beurteilung der Streubreite durch Angabe der *mittleren quadratischen Abweichung*  $s$  als Streuungsmaß zu, wobei  $s$  graphisch gegeben ist als Abstand der Wendepunkte von der Symmetrieachse bzw. der Maximumordinate, rechnerisch als Quadratwurzel aus dem arithmetischen Mittel der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte vom gemeinsamen Mittel. Dies ist für die Anschaulichkeit des Ergebnisses insofern von Bedeutung, als bei idealer Verteilung innerhalb des Klassenabstandes  $2s$  rund 68% und innerhalb  $4s$  rund 96% aller Einzelwerte liegen.

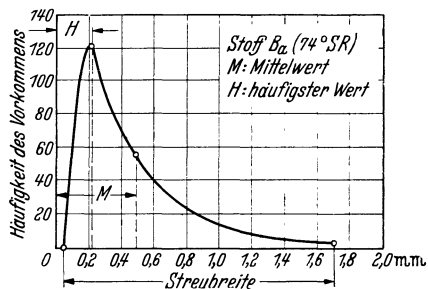


Abb. 254. Häufigkeitskurve für die Faserlänge eines kurzfasrigen (stark gemahlten) Zellstoffes. (Nach BRECHT und MORV.)

trische Häufigkeitskurven gefunden (vgl. Abb. 254). In diesem Falle weichen Mittelwert und Häufigkeitsmaximum voneinander ab, wobei der Mittelwert als Kennzahl für den Charakter der Verteilung in dem Maße an Bedeutung verliert, als die Asymmetrie zunimmt; das gleiche gilt für die mittlere quadratische Abweichung. Da eine rechnerische Auswertung derartiger Kurven auf Schwierigkeiten stößt, begnügt man sich mit einem unmittelbaren Vergleich der Kurven und ergänzt die bildmäßige Darstellung des Ergebnisses durch die Angabe des häufigsten Wertes und der Streubreite, letztere gegebenenfalls unter

Ausschluß derjenigen Meßwerte, deren Klassenhäufigkeit unter einer bestimmten Grenze (z. B. 1%) liegt, da durch diese extremen Werte das Ergebnis in zu hohem Maße vom Zufall beeinflußt wird.

Von JAYME und HARDERS-STEINHÄUSER<sup>1</sup> wird vorgeschlagen, neben der mittleren Faserlänge ( $M$ ) und der Variationsbreite die sog. *längenmäßige mittlere Faserlänge* ( $M_l$ ) zu bestimmen. Zur Berechnung dieser Größe werden die Einzelmessungen in Klassen von 0,2 mm Breite eingeordnet; darauf werden die Längensummen ( $l$ ) der einzelnen Klassen und die Gesamtsumme aller gemessenen Längen ( $L$ ), sowie die prozentualen Längenanteile der Klassen, bezogen auf die Gesamtlänge  $L$ , ermittelt ( $\frac{100l}{L}$  [%]). Diese Werte werden mit der zugehörigen mittleren Faserlänge ( $m$ ) multipliziert<sup>2</sup>. Die Summe der so erhaltenen Produkte, geteilt durch 100, stellt die *längenmäßige mittlere Faserlänge* dar:

$$M_l = \frac{1}{100} \sum \left( \frac{100l}{L} \cdot m \right).$$

Die Faserbruchstücke unter 0,1 mm Länge werden bei dieser Auswertung nicht berücksichtigt. Ihre Anzahl wird gesondert angegeben (in Prozenten, bezogen auf die Gesamtzahl aller Fasern und Faserbruchstücke).

BERGMAN und BAKMAN (s. oben) berechnen neben der mittleren Faserlänge, die sie als „arithmetische mittlere Stücklänge“ bezeichnen, eine besondere Maßzahl, die „Gleichgewichtsmittellänge“. Zu ihrer Bestimmung wird folgendermaßen verfahren: Die Längensummen der in den einzelnen Klassen vorkommenden Fasern werden durch stufenförmig aneinandergereihte Rechteckflächen versinnbildlicht, deren Grundlinien der Faseranzahl und deren Höhe der mittleren Faserlänge jeder Gruppe entsprechen. Das so entstehende Stapeldiagramm ist nach abnehmender Stufenhöhe geordnet. Die Gleichgewichtsmittellänge ist definiert als die dem Schwerpunkt der Gesamtfläche zugeordnete Stücklänge. Im Vergleich mit dem arithmetischen Mittel hat sie den Vorzug einer höheren Unempfindlichkeit gegenüber der Beeinflussung durch kurze Faserstücke und Markstrahlzellen, die den Mittelwert stärker herabsetzen, als es dem Stoffcharakter entspricht. — Diese Art der Auswertung ist jedoch komplizierter und weniger anschaulich als die durch Häufigkeitskurven, worauf von BRECHT und MORV hingewiesen wird.

Die Häufigkeitskurven für die *Faserbreite* von Holz Zellstoffen sind meist zweigipflig, weil den Sommer- und Herbstholzfäsern getrennte Häufigkeitsmaxima zukommen (Abb. 255).

In den Zahlentafeln 42 und 43 sind die Ergebnisse von Messungen an einer Anzahl Papierfasern zusammengestellt<sup>3</sup>, wobei es sich um *natürliche* Faserlängen handelt.

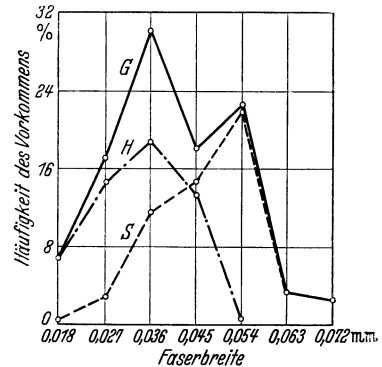


Abb. 255.  
Häufigkeitskurven für die Faserbreiten von Kiefernholz Zellstoff. S Sommerholzfäsern; H Herbstholzfäsern; G Sommer- und Herbstholzfäsern zusammen.

<sup>1</sup> JAYME, G. u. M. HARDERS-STEINHÄUSER: Papierfabrikant **39** (1941 S. 89).

<sup>2</sup> Die mittlere Klassenlänge z. B. der Klasse 0,2 bis 0,4 ist 0,3 mm, die der Klasse 1,2 bis 1,4 ist 1,3 mm.

<sup>3</sup> Da sich in der Fachliteratur die Angaben über Faserlängen und Faserbreiten bei einigen Forschern vollständig decken, so kann man sie wohl teilweise als entlehnt ansehen; um Wiederholungen zu vermeiden, sind daher nur die von VÉTILLART, WIESNER, KIRCHNER, RAITT, HANAUSEK und HÖFER mitgeteilten Zahlen hier wiedergegeben. Die Tafeln machen keinen Anspruch auf Vollständigkeit. — VÉTILLART: Etudes sur les Fibres Végétales Textiles. Paris 1876. — WIESNER, J. v.: Die Rohstoffe des Pflanzenreiches, 4. Aufl. Bd. 1. Leipzig 1928. — KIRCHNER: Das Papier, 2. Teil, S. 28—34. — SUTERMEISTER: Chemistry of Pulp and Paper Making, S. 43. New York 1920. — HANAUSEK: Papierfabrikant **9** (1911) Fest- u. Auslands-Heft, S. 34 u. 35. — HÖFER: Faserforschg. **15** (1940) S. 26, Nr. 1.



Zahlentafel 42. Abmessungen einiger Papierfasern.

Faserart	Länge in mm			Breite in $\mu$			Beobachter
	Kleinster Wert	Großter Wert	Häufigste Werte	Kleinster Wert	Großter Wert	Häufigste Werte	
Flachs	--	—	20—40	12	26	15—17	WIESNER
	4	66	25—30	15	37	20—25	VÉTILLART
	4	75	5—25 <sup>1</sup>	15	36	19—28	Materialprüfungsamt <sup>2</sup>
Hanf	5	55	15—25	16	50	22	VÉTILLART
Baumwolle (verschiedene Arten)	—	—	10—40	12—29	22—40	19—38	WIESNER
Ramie	60	250	—	—	80	—	VÉTILLART
Manila (Musa textilis)	3,0	12	6	16	32	24	VÉTILLART
Jute (Corchorus capsularis)	1,5	5	2	20	25	22,5	VÉTILLART
Fichte	0,73	5,36	Mittel 2,5	13	67	Mittel 39	Materialprüfungsamt
Fichte	0,95	4,4	—	15	75	—	KIRCHNER
Pappel (Populus canadensis)	0,42	1,4	0,84	—	—	27	Materialprüfungsamt
Eucalyptus saligna	0,42	1,4	0,82	—	—	16	Materialprüfungsamt

Zahlentafel 43. Abmessungen einiger Papierfasern (Gramineen).

Art der Fasern	Art der Zellen	Faserlänge in mm			Faserbreite in $\mu$			Beobachter
		Mittel	größte	kleinste	Mittel	größte	kleinste	
Roggenstroh <sup>3</sup>	Langgestreckte Fasern (sog. Bastfasern)	1,25 <sup>4</sup>	3,1	0,41	19	38	8	Materialprüfungsamt
	Parenchymzellen	—	0,85	0,06	—	113	50	
	Oberhautzellen	—	0,34	0,07	—	76	13	
Maisstroh (Stengel)	Langgestreckte Fasern (sog. Bastfasern)	1,19 <sup>4</sup>	5,26	0,41	17	38	8	
	Parenchymzellen	—	0,50	0,06	—	231	29	
	Oberhautzellen	—	0,22	0,07	—	71	17	
Bambus <sup>5</sup>		—	2,6	2,2	—	27	18	RAITT
Zuckerrohr		—	3,0	—	—	25	—	HANAUSEK
Reisstroh		0,5	2,5	—	4	15	—	HANAUSEK
Esparto		—	3,16	0,14	—	24	4,5	HÖFER

<sup>1</sup> Als Mittel aus allen Messungen ergaben sich: 26.<sup>2</sup> HERZBERG, W.: Flachsprüfungen. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1902, S. 311. (Ergebnis der Messungen von rd. 20000 Einzelfasern.)<sup>3</sup> Vgl. auch JAYME u. HARDERS-STEINHÄUSER: Papierfabrikant **39** (1941) S. 89.<sup>4</sup> Mittel aus je 200 Messungen.<sup>5</sup> Vgl. A. HERZOG: Wbl. Papierfabr. **69** (1938) S. 1025.

## 2. Siebanalyse.

Für eine genaue Trennung der Fasern in Gruppen gleicher Länge nach dem Prinzip der Siebanalyse wäre Voraussetzung, daß die Fasern in der Suspension voneinander getrennt bleiben, eine zur Siebebene parallele Lage einnehmen und sich während des Versuches nicht auf dem Sieb absetzen. Bei der Konstruktion der unten genannten Apparate ist zwar versucht worden, diesen Bedingungen nachzukommen, vornehmlich durch Anwendung hoher Stoffverdünnungen und geeigneter Rührwerke. Indessen passieren stets auch Fasern das Sieb, die länger sind als die diagonale Maschenweite, sei es, daß sie infolge ihrer Biegsamkeit durch die Maschen schlüpfen oder sich senkrecht aufstellen. Andererseits bleiben aber auch bei lang dauernder Waschung Fasern auf dem Sieb, die die Maschenweite erheblich unterschreiten. Eine vollkommene Trennung wird daher bei der Siebfractionierung nicht erreicht<sup>1</sup>; trotzdem hat sich die Methode in vielen Fällen bewährt.

Von den für die Faserfraktionierung entwickelten Apparaten werden nachstehend der „H.S.“-Apparat von Leje u. Thurne, der „Research Flower-Tester“ nach HURUM-KLEM und der „Siebanalysator“ nach SCHMIDT beschrieben. Bekannt geworden sind ferner der VOITHsche Waschapparat<sup>2</sup> und in Amerika insbesondere der Standardapparat der *Forest Products Laboratories*, Montreal<sup>3</sup>.

### „H.S.“-Apparat von Leje u. Thurne<sup>4</sup>.

Dieses Gerät wurde in Schweden ursprünglich für die Holzschliffprüfung entwickelt; in der nachstehend beschriebenen Ausführungsform (Abb. 256) hat es sich auch für die Siebanalyse von langfaserigen Zellstoffen bewährt.

Der Apparat besteht aus einem zylindrischen Waschgefäß (*W*), dessen rahmenförmiger, aufklappbarer Boden (*B*) das auswechselbare Sieb (*S*) aufnimmt. In dem Waschgefäß bewegt sich ein elektromotorisch über ein Stirnrädergetriebe (*G*) angetriebenes Rührwerk (*R*); die Rührflügel sind seitlich mit Spritzlöchern versehen. Das Gefäß *W* taucht in ein zweites, hydraulisch durch den Wasserdruckzylinder (*Z*) auf- und abbewegbares Überlaufgefäß (*ÜG*), an dem eine Überlaufrinne (*Ü*) angebracht ist. Bei dem für die Holzschliffprüfung vorgesehene Modell erfolgt der Antrieb durch Wasserdruck.

*Arbeitsweise.* Nach dem Einlegen des gewünschten Siebes in den Siebboden (*B*) wird dieser hochgeklappt und das Überlaufgefäß in die Arbeitsstellung

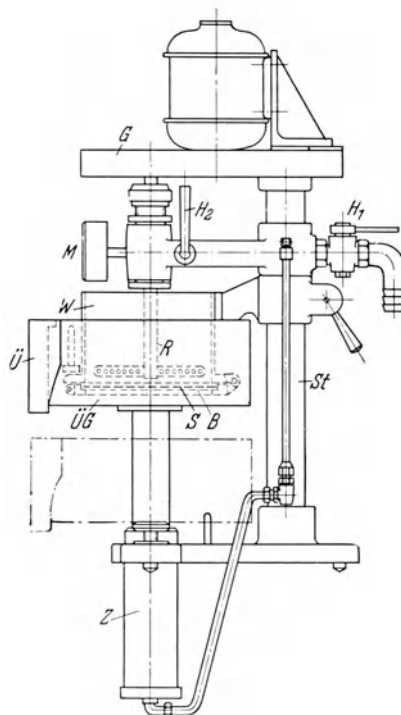


Abb. 256. „H.S.“-Fasergruppierungsapparat (Leje u. Thurne, Stockholm).

<sup>1</sup> Siehe W. BRECHT u. M. HOLL: *Papierfabrikant* **37** (1939) S. 74.

<sup>2</sup> MEISTER, E. u. FOETH, G.: *Wbl. Papierfabr.* **64** (1933) S. 885.

<sup>3</sup> JONES, D. O., C. ALEXANDER, T. W. ROSS u. H. WYATT JOHNSTON: *Paper Trade J.* Bd. 96 (1933) Nr. 17, S. 29. In dieser Arbeit findet sich eine Zusammenstellung des die Entwicklung der Methode betreffenden Schrifttums. — FORREST W. BRAINERD [*Paper Trade J.* Bd. 108 (1939) Nr. 16, S. 32] beschreibt einen Fraktionierapparat, bei dem die Trennung auf Sieben erfolgt, die um eine horizontale Achse rotieren.

<sup>4</sup> Lieferfirma für Deutschland: Leje u. Thurne G. m. b. H., Hamburg 1. — Literatur: *Zellstoff u. Papier* **19** (1939) S. 223. — BRECHT, W. u. M. HOLL: *Papierfabrikant* **37** (1939) S. 74.

gehoben. Durch Betätigung des Absperrhahnes ( $H_1$ ) und des Regulierhahnes ( $H_2$ ) strömt Wasser unter einem bestimmten einstellbaren Druck, der manometrisch ( $M$ ) gemessen wird, in die hohle Rührwelle und durch die Spritzöffnungen horizontal in das Waschgefäß, wobei sich dieses bis zu einer durch den Hub des Überlaufgefäßes regelbaren Stauhöhe füllt. Gleichzeitig wird das Rührwerk in Gang gesetzt und die Stoffsusension hinzugefügt. Das stetig zufließende Wasser spült die Fasern, die ihren Abmessungen nach das Sieb passieren können, in das Überlaufgefäß und von da durch die Überlaufrinne ( $\ddot{U}$ ) in die Abwasserleitung. Zur Beendigung des Versuches werden Wasserzulauf und Rührwerk-antrieb abgestellt. Der nach dem Leerlaufen des Waschgefäßes und dem Abspitzen der Wandungen und des Rührwerkes auf dem Sieb zurückbleibende Stoff wird quantitativ abgegauscht oder auf ein gewogenes Filter gespült und nach dem Trocknen gewogen. Anschließend wird der Versuch mit Sieben anderer Maschenweite wiederholt, wobei erfahrungsgemäß hauptsächlich folgende Siebnummern (metrisches System) in Betracht kommen:

für langfaserige Stoffe: Nr. 6, 14, 21, 28 und 35;

für kurzfaserige und für gemahlene Stoffe: Nr. 12, 16, 24, 40 und 70.

Für die Prüfung von Holzschliff nach der deutschen Einheitsmethode (s. S. 338) sind die Siebe Nr. 40 und 120 (Württbg. Maß, den metrischen Nummern 14 und 40 entsprechend) festgesetzt.

Die Berechnung des auf die angewandte Stoffmenge bezogenen Anteils an ausgewaschenen Fasern erfolgt nach der Formel:

$$F = \frac{E - R}{E} \cdot 100 \quad [\%];$$

$F$  = Menge des ausgewaschenen Faseranteils,

$E$  = angewandte Stoffmenge (abs. tr.) [g],

$R$  = Siebrückstand (abs. tr.) [g].

*Einfluß der Versuchsbedingungen*<sup>1</sup>. Das Ergebnis der Fraktionierungsversuche ist außer von der Beschaffenheit des untersuchten Stoffes von der angewendeten Stoffmenge, der Waschkdauer, dem Wasserdruck, sowie von der Stauhöhe und dem Propellerabstand abhängig.

Als günstigste Versuchsbedingungen haben sich erwiesen:

Stoffmenge . . . . .	2 g (abs. tr. ged.),
Waschkdauer (gemessen vom Zeitpunkt der beendeten Stoffzugabe bis zum Abstellen des Wasserzuflusses) . . . . .	6 min
Wasserdruck . . . . .	1 atü
Stauhöhe . . . . .	rd. 50 mm
Abstand der Spritzwasserlöcher des Rührarmes vom Sieb . . . . .	10 mm

*Meßgenauigkeit.* Bei der Ausführung von Parallelproben beträgt die Abweichung des Mittelwertes von den beiden Einzelwerten im allgemeinen 0,5 bis 1 %.

Der **Research Flower-Tester** nach HURUM-KLEM<sup>2</sup> (Abb. 257) stellt eine Weiterentwicklung des einfachen, von HURUM angegebenen Fraktioniergerätes für Holzschliff dar.

In einem zylindrischen Behälter ( $A$ ) rotiert ein vierarmiges, durch einen Elektromotor angetriebenes Rührwerk ( $B$ ), das an dem abhebbaren Behälterdeckel angebracht ist. Der ebenfalls abhebbare Boden ( $D$ ) nimmt das Sieb ( $E$ ) auf und trägt einen Dreiwegehahn ( $F$ ), durch den der Behälter ( $A$ ) gefüllt und entleert werden kann.

<sup>1</sup> Nach BRECHT u. TRENTSCHEL: Siehe S. 295, Fußnote 1.

<sup>2</sup> PER KLEM: Papierfabrikant **30** (1932) S. 109. — BRECHT u. TRENTSCHEL: Siehe S. 295, Fußnote 1. Herstellerfirma: S. A. Lorenzen u. Wettre, Oslo.

*Arbeitsweise.* Der Bodenteil wird nach dem Einlegen des Siebes angehoben und durch einen Renkverschluß am Gefäß (A) befestigt. Darauf läßt man durch den Dreiwegehahn Wasser einlaufen, bis das Sieb bedeckt ist, gibt die Faserstoffaufschwemmung (4 g Stoff in 2 Liter Wasser) hinzu, setzt den Deckel mit dem

Rührwerk auf, drückt erneut Wasser bis zu einer bestimmten Stellung des Schwimmers (G) in den Behälter und setzt das Rührwerk in Betrieb. Nach 5 s wird das Wasser durch eine entsprechende Betätigung des Dreiwegehahns abgelassen, das Rührwerk stillgelegt und das Waschgefäß erneut mit Wasser gefüllt. Auf diese

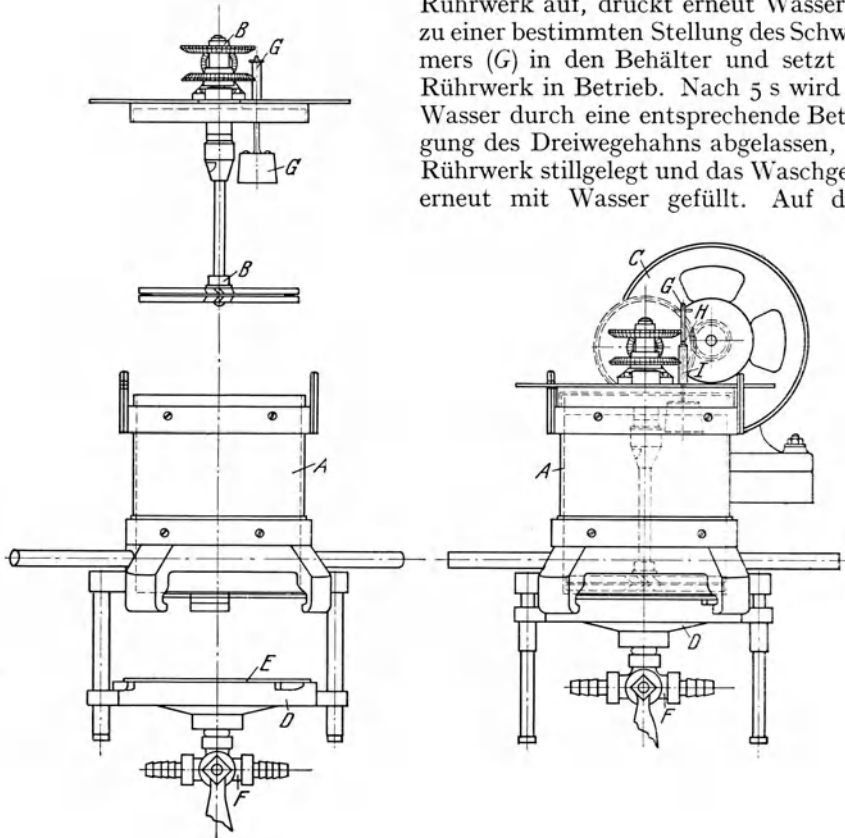


Abb. 257. Fasergruppierungsapparat „Research Flower-Tester“ (Lorenzen u. Wettre, Oslo).

Weise wird das Auswaschen einige Male wiederholt. Nach Beendigung des Versuches wird der Bodenteil gesenkt und das Sieb herausgenommen.

Die Wägung und Trocknung des Siebrückstandes sowie die Bestimmung des Anteils an ausgewaschenen Fasern erfolgen in gleicher Weise wie beim H.S.-Apparat.

*Günstigste Versuchsbedingungen:*

- Stoffmenge<sup>1</sup> . . . . . 4 g
- Anzahl der Waschungen<sup>2</sup> . . . . . 7

Der „**Siebanalysator**“ nach SCHMIDT<sup>3</sup> (Abb. 258) arbeitet nach dem Durchspülverfahren, wobei der zu untersuchende Stoff in einem Arbeitsgang durch 4 hintereinandergeschaltete Siebe sortiert wird. Die Siebe sind in einem zylindrischen Gefäß übereinander angeordnet; über jedem Sieb läuft ein Propeller,

<sup>1</sup> Nach PER KLEM und BRECHT u. TRENTSCHEL: Siehe S. 304, Fußnote 2, sowie S. 295, Fußnote 1.

<sup>2</sup> Nach BRECHT u. TRENTSCHEL; PER KLEM hält 5 Waschungen für ausreichend.

<sup>3</sup> STEINSCHNEIDER, KROSS u. IMGUND: Siehe S. 295, Fußnote 2. — Lieferfirma: Dipl.-Ing. A. Obkircher, Stuttgart 1.

um Absetzen des Stoffes während des Waschens zu verhindern. Für die Durchführung des Fraktionierversuches wird das Gefäß bis zum unteren Rande eines seitlich angebrachten Wasserstandglases mit Wasser gefüllt. Dann wird die Suspension (3 g abs. tr. ged. im Liter) zugefügt und der Motor eingeschaltet.



Abb. 258. „Siebanalysator“ nach SCHMIDT.

Durch ein nahe dem Deckel befindliches Füllrohr wird bei der Siebanalyse von Holzschliff 15 min, bei gemahlenem Zellstoff 20 min lang Wasser in gleichmäßigem Strom zugelassen. Der Wasserdurchsatz soll 1 l/min betragen. Nach Ablauf der Waschdauer wird der Wasserzulauf geschlossen und der Motor abgestellt. Die Wägung der Fraktionen erfolgt nach dem Trocknen auf den Sieben.

## II. Festigkeitsprüfung von Zellstoff.

Unter Faserstofffestigkeit kann sowohl die *Festigkeit* der *Einzelfaser* als auch die des Fasergefüges im Papierblatt verstanden werden. Maßgebend für den Papiermacher ist jedoch in erster Linie die *Gefügesteifigkeit*, denn sie allein gibt die Möglichkeit, Rückschlüsse auf die im Papier zu erwartenden Festigkeitseigenschaften zu ziehen. Die Eigenfestigkeit der Faser stellt nur einen der Umstände dar, von denen die Gefügesteifigkeit abhängt. Der Unterschied zwischen Eigen- und Gefügesteifigkeit kann jedoch als Maßstab dafür dienen, bis zu welchem Grad die Festigkeit der Einzelfaser bei der Papierherstellung ausgenutzt worden ist.

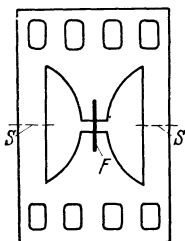


Abb. 259. Vorrichtung zum Einspannen von Zellstoff-Einzelfasern nach RÜHLEMANN. *F* eingespannte Faser; *S* Schnittstelle an den Stegen.

### 1. Bestimmung der Eigenfestigkeit der Zellstoff-Faser.

Der Bestimmung der *Einzelfaserfestigkeit* stellen sich wegen der geringen Faserlänge Schwierigkeiten entgegen, die eine besondere Einspannvorrichtung erforderlich machen. RÜHLEMANN<sup>1</sup>, der Messungen an Holzzellstofffasern ausgeführt hat, verwendet hierzu einen Rahmen aus einem Stück Kinofilm, der mit zwei segmentförmigen Ausschnitten versehen ist (Abb. 259). Die aus einer wäßrigen Aufschwemmung mit Hilfe einer Pinzette entnommene Faser wird auf den Mittelsteg gelegt, aus dem vorher ein Stück quer herausgeschnitten wird. Durch die Breite des Ausschnittes (0,5 mm bis 15 mm) ist die freie Einspannlänge gegeben. Die Faser wird mit ihren Enden auf den Steg geklebt<sup>2</sup>, worauf der Rahmen bei 65 % relativer Luftfeuchtigkeit ausgelegt wird. Für die Zugversuche benutzte RÜHLEMANN den Zugfestigkeitsprüfer „Deforden“<sup>3</sup>. Nach dem Einspannen des Rahmens in die Klemmen des Apparates werden die beiden Seitenstege mit einer erhitzten Platinnadel durchgeschmolzen, worauf der Zugversuch bei einer Belastungszunahme von 0,1 g/s erfolgt. Die Dehnung wird auf optischem

<sup>1</sup> RÜHLEMANN: Über die Festigkeitsbestimmungen von Zellstoff. *Papierfabrikant* 24 (1926) S. 1; s. auch GRUND u. WEIDENMÜLLER: Über die Nullreißlänge von Zellstoffen und Papieren. *Papierfabrikant* 30 (1932) S. 397.

<sup>2</sup> Der Klebstoff muß hohe Klebkraft aufweisen, frei von faserschädigenden Chemikalien und möglichst wenig hygroskopisch sein.

<sup>3</sup> Der von KRAIS entwickelte Zugfestigkeitsprüfer „Deforden“ beruht auf dem Prinzip der gleicharmigen Hebelwaage und besitzt eine feste und eine bewegliche Klemme. Letztere ist an dem einen Hebelarm der Waage angebracht, an dem anderen Arm ist die Belastungsvorrichtung befestigt. Diese besteht aus einem Gefäß, das durch einen regulierbaren Zulauf mit Wasser gefüllt werden kann. Durch diese Einrichtung ist eine konstante Belastungszunahme gewährleistet. (Herstellerfirma: Hugo Keyl, Leipzig.)

Wege durch selbsttätige Aufzeichnung eines Belastung-Dehnung-Diagramms bestimmt. Wegen der starken Streuung sind für jede Bestimmung etwa 100 Einzelwerte erforderlich.

RÜHLEMANN fand bei der Untersuchung eines Mitscherlichzellstoffes Reißlängenwerte von etwa 30 km am ungebleichten Stoff, 35 km am halbgebleichten und wieder 30 km am vollgebleichten (Bruchlast: 12,2 g bzw. 14 g und 10,8 g) und Dehnungswerte von 6,1% bzw. 5,2% und 4,5%.

HOFFMANN-JACOBSEN<sup>1</sup> zieht Rückschlüsse auf die Festigkeit der Faser aus der *Nullreißlänge*, d. h. derjenigen Reißlänge des Versuchsstreifens, die sich bei einer Einspannlänge von 0 ergibt. Um ein genau senkrecht übereinanderliegen der beiden Einspannbacken zu gewährleisten und zu verhindern, daß beim Einspannen eine Schwächung des Materials durch Abscheren eintritt, hat GÜNTHER eine Spezialklemme<sup>2</sup> konstruiert.

Da jedoch die Einspannlänge 0 praktisch nie vollkommen erreichbar ist, wird sich der Teil der Fasern, der stark quer zur Zugrichtung gelagert ist, der Einspannung entziehen und nicht zerreißen. Aus diesem Grunde läßt die Nullreißlänge nur in beschränktem Maße Folgerungen auf die Faserfestigkeit zu.

Schließlich ist auch der *Stanzversuch* zur Beurteilung der Eigenfestigkeit der Faser mit herangezogen worden. Nach dem Vorschlag von HUMM<sup>3</sup> wird das aus dem Zellstoff hergestellte Papier zwischen zwei Platten, in deren Bohrung ein Stanzstempel von 15 mm Umfang genau paßt, eingespannt<sup>4</sup> (Abb. 260). In Verbindung mit dem SCHOPPERSchen Zugfestigkeitsprüfer wird der Druck des Stempels langsam gesteigert, bis das Papier mit einem scharfen Schlag durchgedrückt wird. Die Berechnung der „Stanzreißlänge“ erfolgt nach der Formel  $R_s = P/g$  [m] ( $P$  = angewendeter Druck in Gramm,  $g$  Gewicht eines 15 mm breiten und 1 m langen Papierstreifens in Gramm).

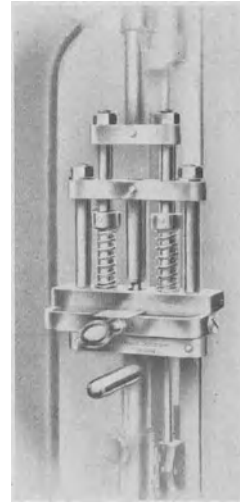


Abb. 260. Gerät für Stanz- (Sheer-)Versuche nach HUMM.

Während die Nullreißlänge nach Untersuchungen von STEINSCHNEIDER und GRUND<sup>5</sup> nur im niederen Mahlradgebiet proportional der Einzelfaserfestigkeit ist, ist nach WIRTH<sup>6</sup> die Stanzreißlänge unabhängig vom Mahlgrad.

## 2. Bestimmung der Gefügefestigkeit von Zellstoff.

**Grundsätzliches**<sup>7</sup>. Die Festigkeitseigenschaften (Zug-, Berst-, Durchreiß- und Falzfestigkeit) eines Fasergefüges, wie es im Papierblatt vorliegt, ist abhängig vom Widerstand, den einerseits die Faser selbst, andererseits die im Gefüge wirksamen Adhäsionskräfte der mechanischen Beanspruchung entgegensetzen. Diese Widerstandskräfte ändern sich mit dem Wandel, den die Faser beim Mahlen durch Veränderung der Gestalt, der Abmessungen und der Oberfläche sowie durch Wasseraufnahme (Quellung, Hydratation) erfährt. So nehmen

<sup>1</sup> HOFFMANN-JACOBSEN: Festigkeitsprüfung von Zellstoffen. Wbl. Papierfabr. **56** (1925) S. 1454. — Papierfabrikant **23** (1925) S. 717.

<sup>2</sup> GÜNTHER: Papierfabrikant **29** (1931) S. 297.

<sup>3</sup> HUMM: Über die Zellstofffestigkeit und Papierbildung. Papierfabrikant **28** (1930) S. 116.

<sup>4</sup> Stanzeinsätze liefert die Firma Louis Schopper, Leipzig.

<sup>5</sup> STEINSCHNEIDER u. GRUND: Papierfabrikant **36** (1938) S. 1.

<sup>6</sup> WIRTH: Papierfabrikant **29** (1931) S. 254.

<sup>7</sup> Vgl. POSSANNER VON EHRENTHAL u. UNGER: Theoretische Grundlagen der deutschen Einheitsmethode für die Festigkeitsprüfung von Zellstoffen. Merkblatt 102 des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure.

z. B. Zug-, Berst- und Falz widerstand mit steigendem Mahlgrad bis zur Erreichung eines Maximums zu, während der Durchreißwiderstand mit fortschreitender Mahlung ständig abnimmt oder nach nur kurzer Mahlung ein Maximum aufweist<sup>1</sup> (Abb. 261). Daraus ergibt sich die Notwendigkeit, die Festigkeitsbestimmungen von Faserstoffen in Abhängigkeit vom Mahlgrad bei reproduzierbarer Mahlung durchzuführen. Da ferner die zwischen den Fasern wirkenden Adhäsionskräfte von der Art und Dichte der Faserlagerung im Papier abhängig sind, müssen alle Vorgänge, die bei der Blattherstellung hierauf Einfluß haben, genau festgelegt werden.

Diese für eine einwandfreie Festigkeitsprüfung von Faserstoffen notwendigen Voraussetzungen sind zuerst von DALÉN<sup>2</sup> erkannt worden.

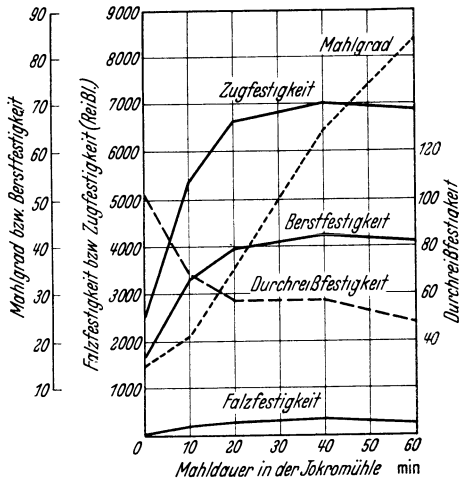


Abb. 261. Entwicklung der Festigkeitseigenschaften beim Mahlen in der Jokromühle.

Nach dem von ihm entwickelten Verfahren wurden die Zellstoffproben in einem Versuchsholländer in gleicher Zeit bis zu einem bestimmten Mahlgrad gemahlen, aus dem Stoff Bogen von bestimmtem Quadratmetergewicht geschöpft und unter gleichen Bedingungen gepreßt und getrocknet. Nach der Klimatisierung erfolgte die Prüfung der Versuchsbogen. Dies Verfahren ließ bei entsprechender Übung eine vergleichsweise Beurteilung verschiedener Zellstoffe zu, wenn es an gleicher Stelle mit der gleichen Apparatur ausgeführt wurde.

Das Bestreben, alle subjektiven Einflüsse in der Versuchsanordnung auszuschalten, sowie alle Vorgänge, insbesondere die der Stoffmahlung und der Blattherstellung einschließlich Pressung und Trocknung, völlig reproduzierbar zu gestalten, hat zu zahlreichen Vorschlägen und in verschiedenen Ländern zur Ausarbeitung von

Standardmethoden<sup>3</sup> geführt. In Deutschland hat sich mit dieser Aufgabe der Fachausschuß, U.-A. für Zellstofffestigkeitsprüfung, des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure eingehend befaßt und eine Einheitsmethode entwickelt, die in den Merkblättern 101 bis 113 des genannten Vereins niedergelegt ist<sup>4</sup> (vgl. S. 326 f.). Die Entwicklung des Verfahrens wurde vom Vorsitzenden des Ausschusses, POSSANNER VON EHRENTHAL, und dessen Mitarbeiter E. UNGER besonders gefördert.

#### A. Geräte zur Herstellung der Versuchsblätter.

Die wichtigsten Vorgänge bei der Herstellung der Probeblätter zur Zellstofffestigkeitsprüfung sind folgende:

*Zerfaserung* des Stoffes für die Prüfung im ungemahlten Zustand.

*Mahlung* des Stoffes und *Mahlgradprüfung*.

*Blattbildung*, *Pressung* und *Trocknung*.

<sup>1</sup> Siehe BRECHT u. IMSET: Papierfabrikant **31** (1933) Fest- u. Auslandsheft S. 46. — JOHANSSON: Zellstoff u. Papier **17** (1937) S. 289. — Merkblatt 102 des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure.

<sup>2</sup> DALÉN: Beurteilung der Festigkeitseigenschaften des Fasermaterials von Halbstoffen. Mitt. Mat.-Prüf.-Amt Berlin-Dahlem 1903, S. 279 u. 1911, Erg.-Heft 2, S. 12.

<sup>3</sup> Vgl. G. JAYME: Die Entwicklung der Festigkeitsprüfung von Zellstoff. Papierfabrikant **35** (1937) S. 193 u. D. JOHANSSON: Prüfverfahren für Zellstoff und Holzschliff. Zellstoff u. Papier **17** (1937) S. 286, 389 u. 436.

<sup>4</sup> Von dieser Stelle aus waren auch Bemühungen um eine internationale Methode im Gange, denen ein Erfolg jedoch nicht beschieden war.

Die Einrichtungen, die hierfür benutzt werden, sind sehr zahlreich. Dies rührt daher, daß die Standardmethoden der einzelnen Länder ihre eigenen Apparaturen vorschreiben, ferner, daß in manchen Ländern Einheitsmethoden noch nicht voll entwickelt sind, und daß in der Betriebskontrolle zur näheren Anpassung an die Fabrikationsbedingungen neben den genormten vielfach auch andere Geräte, insbesondere für die Mahlung, verwendet werden. Im nachstehenden sind in erster Linie die Apparate der *deutschen Einheitsmethode* berücksichtigt, daneben in beschränktem Umfange auch anderweitige Einrichtungen.

Die *deutsche Einheitsmethode* ist in den Merkblättern Nr. 101 bis 113 des Unterausschusses für Zellstoff-Festigkeitsprüfung des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure niedergelegt. Im folgenden sind diese Merkblätter abgekürzt bezeichnet, z. B. als „Merkbl. 104“.

### 1. Aufschlaggerät zum Zerfasern des Stoffes für die Prüfung im ungemahlten Zustand (vgl. Merkblatt 104).

Die Beurteilung von Zellstoffen allein nach der Festigkeit im ungemahlten Zustand ist zum Teil im Ausland üblich. Sie gestattet jedoch nur einen Vergleich von Stoffen, die ungemahlen zur Verwendung kommen, wie z. B. Zellstoffe für Zeitungsdruckpapier. Für einen Vergleich von Zellstoffen, die gemahlen werden sollen, ist sie unzulässig, weil Zellstoffe gleicher Festigkeit im ungemahlten Zustand bei der Mahlung verschiedene Festigkeiten entwickeln können (vgl. Merkblatt 102). Die von dem ungemahlten, nur zerfaserten Stoff erhaltenen Werte dienen deshalb bei der deutschen Einheitsmethode nur als o-Punkt (Ausgangspunkt) der unter Heranziehung mehrerer Mahlpunkte aufzustellenden Festigkeitskurven. Wichtig für die Arbeitsweise des Aufschlaggerätes ist, daß bei der Zerfaserung des Stoffes mechanische Beanspruchungen in Form von Kürzung oder Quetschung der Faser nach Möglichkeit vermieden werden.

Für die deutsche Einheitsmethode ist das für die englische Standardmethode gültige Aufschlaggerät (Desintegrator) übernommen worden. Es besteht aus einem runden Behälter zur Aufnahme der Zellstoffsuspension, einem linksgängigen Dreiflügelpropeller mit Welle und einem Befestigungs- und Antriebsmechanismus für Aufschlagbehälter und Propeller. Genormt sind nur Aufschlagbehälter, Propeller und Welle, die aus nichtrostendem Material anzufertigen sind. Die Maße gehen aus Abb. 262 hervor<sup>1</sup> (vgl. Merkblatt 104).

Das Gerät ist von Zeit zu Zeit zu kontrollieren. In erster Linie ist zu prüfen, ob der Propellerschaft genau zentrisch läuft. Voraussetzung dafür ist eine einwandfreie Lagerung und Instandhaltung der Propellerwelle. Ebenso wichtig ist die Kontrolle der Flügelstellung und der Abmessungen des Propellers. Dies geschieht am besten mit Schablonen, die von der Firma Louis Schopper, Leipzig, hergestellt werden. Für die Prüfung der Flügelstellung wird der Propeller von der Welle abgenommen und in die dafür vorgesehene Schablone eingesetzt. Irgendwelche Verbiegungen und Verdrehungen, welche durch größere Beanspruchungen oder durch gelegentlichen Stoß verursacht werden, können so wahrgenommen und beseitigt werden. Die Kontrolle der richtigen Drehzahl des Propellers erfolgt laufend bei der Benutzung des Gerätes entsprechend der Arbeits-

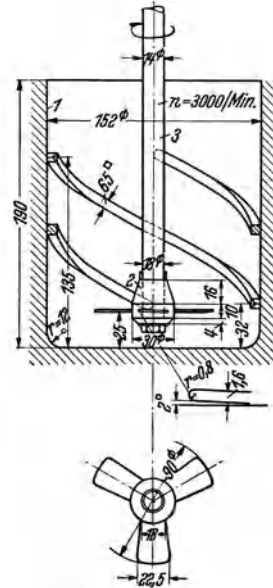


Abb. 262. Aufschlaggerät der deutschen Einheitsmethode.

<sup>1</sup> Komplette, normgerechte Aufschlaggeräte liefert die Firma Louis Schopper, Leipzig.



vorschrift mit einem Tachometer und durch Feststellung der Umläufe in der für die Zerfaserung festgesetzten Zeit.

Außer dem englischen Aufschlaggerät ist in Schweden der SANDBERG-Defibrator<sup>1</sup> und in Kanada und Finnland der Desintegrator nach CAMERON<sup>2</sup> genormt.

## 2. Mahlgeräte.

**a) Versuchsholländer.** Es liegt nahe, bei der Faserstoff-Festigkeitsprüfung in Anlehnung an die Papierherstellung als Mahlgerät den Holländer zu benutzen.

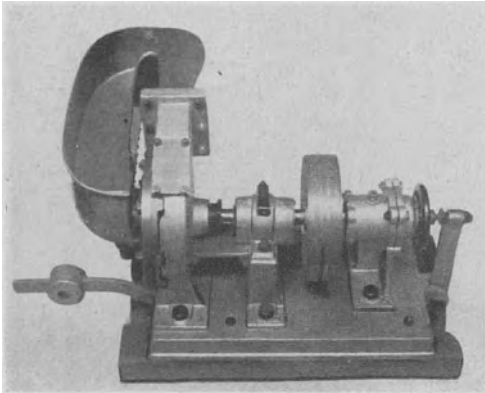


Abb. 263. RIETH-Holländer.

Holländer, der NIAGARA- und der VALLEY-Holländer standardisiert und von der Technical Association of the Pulp and Paper Industry für die Prüfung bei verschiedenen Mahlgraden empfohlen worden (T 200 m — 34). Von deutschen Fabrikaten ist der Versuchsholländer der Firma J. M. Voith<sup>3</sup>, der WOLFF-

MALLICKH- und der BANNINGSEYBOLD-Überwurfholländer<sup>4</sup> sowie vor allem der RIETH-Mahlscheibenholländer<sup>5</sup> mit Plattenrundwerk und einstellbarem Mahldruck (Abb. 263) zu nennen.

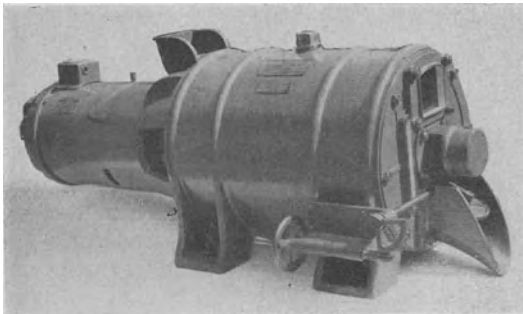


Abb. 264. Drehkreuzmühle nach KIRCHNER-STRECKER.

**b) Der Kollergang** ist ebenfalls als Mahlgerät für die Zellstoff-Festigkeitsprüfung herangezogen worden. Der in Amerika gebaute CLARK-Kollergang<sup>6</sup> besitzt eine Laufbahn aus Stahl und drei Läufer aus verchromtem Gußeisen, die mit einem Radkranz aus Phosphorbronze versehen sind. Die Mahlwirkung soll bei guter Reproduzierbarkeit der des Holländers weitgehend angepaßt sein, so daß ihm möglicherweise noch eine Zukunft bevorsteht.

<sup>1</sup> Svensk Papp. Tidn. 1931, Heft 4—8; Ausz. Wbl. Papierfabr. 62 (1931) S. 830.

<sup>2</sup> Zellstoff u. Papier 16 (1936) S. 395.

<sup>3</sup> Wbl. Papierfabr. 63 (1932) Sonder-Nr. S. 42.

<sup>4</sup> Papierfabrikant 31 (1933) S. 473.

<sup>5</sup> Zu beziehen durch das Ingenieurbüro Dr. Otto Born, Berlin SO 36, Heidelbergerstr. 65/66; DRP. 493573. — Papierfabrikant 28 (1930) S. 245.

<sup>6</sup> Paper Trade J. Bd. 100 (1935) Nr. 11, S. 36 u. Bd. 102 (1936) Nr. 14, S. 35.

c) Für kontinuierliches Arbeiten sind die *Drehkreuzmühle* KIRCHNER-STRECKER<sup>1</sup> (Abb. 264) und ein amerikanisches von NORDEN und GREGOR<sup>2</sup> entwickeltes Gerät eingerichtet.

d) **Kugelmühlen.** Verschiedene ausländische Standardverfahren (vgl. S. 334 bis 335) schreiben als Mahlgerät Kugelmühlen vor, bei denen der Stoff nur gequetscht wird, während die gleichzeitig schneidende oder bürstende Wirkung des Holländers fehlt. Die Mahlweise der Kugelmühle ist gut reproduzierbar, weicht aber am stärksten von der des Holländers ab. Am verbreitetsten ist die LAMPÉN-Mühle<sup>3</sup> (Abb. 265). Sie besteht aus einem drehbar gelagerten kugelförmigen Bronzegehäuse mit abnehmbarem Deckel

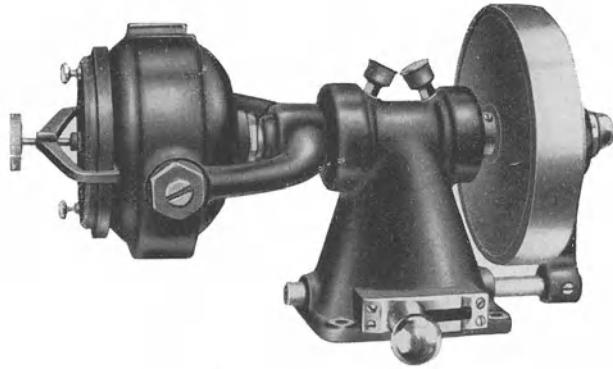


Abb. 265. LAMPÉN-Mühle.

und einer im Inneren befindlichen Bronzekugel, deren Gewicht 10 kg beträgt. Um das Füllen und Leeren zu erleichtern, ist das Gehäuse durch Zapfen in einem gabelförmigen Haltearm schwenkbar befestigt. Die Welle der Mühle läuft auf Rollenlager und wird von einem kräftigen Ständer getragen. Auf dem freien Wellenende befindet sich eine Antriebsscheibe mit eingebauter Friktionskupplung. Die Mühle ist für einen Eintrag von 50 g berechnet und läuft normalerweise mit 300 Umdrehungen pro Minute<sup>4</sup>.

Eine seltener verwendete amerikanische Kugelmühle nach ABBÉ arbeitet mit einer größeren Anzahl Flintsteinen in einem porzellengefütterten Stahlblechzylinder. Nach HALL<sup>5</sup> bietet diese Mühle bei genügendem Fassungsvermögen bequeme Full- und Entleerungsmöglichkeit; der Stoff wird jedoch ungleichmäßig gemahlen; sein Aschengehalt erhöht sich während der Mahlung infolge des durch Reibung erzeugten Steinmehles.

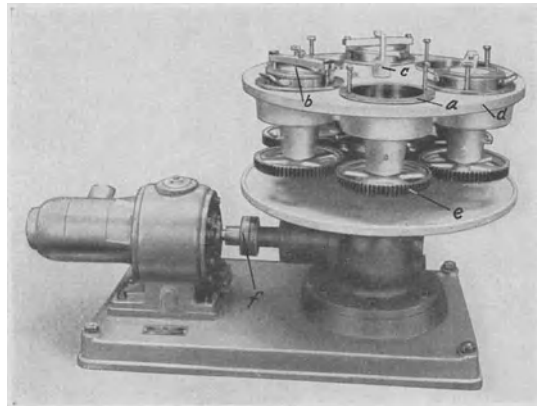


Abb. 266. Jokromühle mit abgenommener Schutzhaube. a Führungstopf, leer; b Führungstopf mit Mahleinheit und Spannbügel; c Königswelle; d Drehscheibe; e Planetengetriebe; f Antriebswelle.

e) Das Mahlgerät der deutschen Einheitsmethode ist die von JONAS und KROSS konstruierte *Jokromühle*<sup>6</sup> (vgl. Merkblatt 105). Der Aufbau ist in Abb. 266 wiedergegeben.

<sup>1</sup> KIRCHNER und STRECKER: Wbl. Papierfabr. **64** (1933) S. 77. — Die Drehkreuzmühle wird von der Firma Dr. Otto Strecker, Darmstadt, gebaut.

<sup>2</sup> Paper Trade J. Bd. 100 (1935) Nr. 3, S. 36.

<sup>3</sup> Mit der LAMPÉN-Mühle hat sich H. SCHWALBE eingehend befaßt. Vgl. Papierfabrikant **23** (1925) S. 234; **24** (1926) 465, 481; **25** (1927) S. 83, 545.

<sup>4</sup> Kugelmühlen, Bauart LAMPÉN, sowie Zerkfaserer zur Vorbereitung des Stoffes für die Mahlung in der Mühle werden von der Firma Louis Schopper, Leipzig, hergestellt.

<sup>5</sup> HALL: Zellstoff u. Papier **7** (1927) S. 142.

<sup>6</sup> Hersteller: P. J. Wolff u. Söhne G. m. b. H., Düren (Rheinland).

Auf der Drehscheibe (*d*) sind symmetrisch zur Königswelle (*c*) 6 Führungstöpfe<sup>1</sup> (*a*) zur Aufnahme der Mahleinheiten, bestehend aus Mahlbüchse mit Deckel und Mahlkörper (Abb. 267) angeordnet. Mit Hilfe eines Planetengetriebes (*e*) wird beim Gang der Maschine neben der Bewegung um die Hauptachse eine Eigendrehung der Büchsen erzielt. In den Büchsen, deren Innenwand mit einer Rändelung versehen ist, befinden sich frei beweglich die zylindrischen Mahlkörper, die am Umfang gleichmäßig verteilte Messerkanten von 2 mm Breite besitzen. Infolge der Drehung der Scheibe und der Eigendrehung der Büchsen rollt der Mahlkörper auf der Innenwand der Büchsen ab und mahlt den durch die Zentrifugalkraft an die Wand gedrängten Stoff.

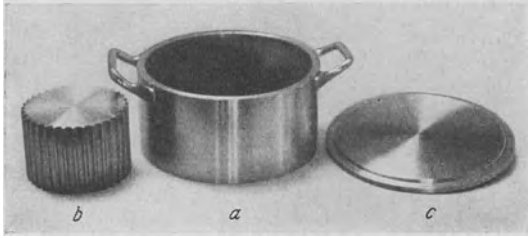


Abb. 267. Jokromahleinheit bestehend aus Mahlbüchse (*a*), Mahlkörper (*b*) und Mahlbüchsendeckel (*c*).

Die Bodenfläche der Büchse hat von der Büchsenwandung bis zu einer in der Mitte des Bodens angebrachten Aussparung von 28 mm Dmr. eine konzentrische Steigung von 2 mm. Die Aussparung ist durch eine in Wasser gequollene, die angrenzende Bodenfläche um 0,4 mm überragende Scheibe aus Weißbuchenholz ausgefüllt, die als Laufbahn für den Mahlkörper dient. Durch Ändern der Drehzahl ist die Einstellung eines beliebigen Mahldruckes möglich; die Einheitsmethode schreibt eine Drehzahl von 150/min vor. Der Antrieb der Mühle erfolgt durch einen normalen Elektromotor über ein stufenlos regelbares Kettengetriebe auf die Antriebswelle oder durch einen in weiten Grenzen elektrisch regelbaren Getriebemotor. Für Ausführung der Einheitsmethode genügt auch direkte Kupplung mit einem Getriebemotor, dessen Drehzahlschwankungen mit einem Schiebewiderstand ausgeglichen werden können.

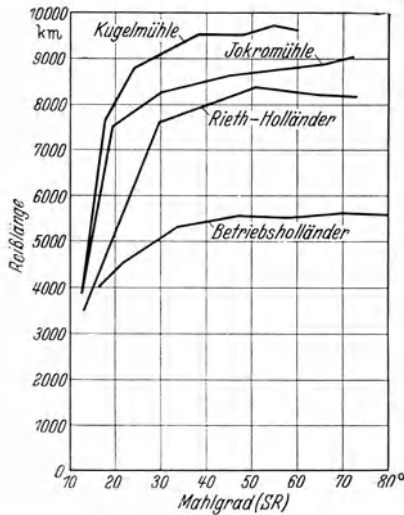


Abb. 268. Vergleichende Mahlung: Messerholländer, RIETH-Holländer, Jokromühle und Kugelmühle. (Nach POSSANNER V. EHRENTHAL und UNGER.)

**Kontrolle der Jokromühle.** Von Zeit zu Zeit ist die Lagerung der Führungstöpfe und der Königswelle, die genau senkrecht stehen muß, zu überprüfen, ferner die gemäß Merkbl. 105 genormten inneren Abmessungen der Mahleinheiten, sowie die auf der Bodenfläche der Büchsen angebrachten Holzlaufscheiben. Diese Scheiben sind zu erneuern, sobald der Mahlkörper auf dem Metall zu schleifen beginnt; bei Nichtgebrauch der Büchsen müssen sie durch Übergießen mit destilliertem Wasser feucht gehalten werden, damit sie sich durch Austrocknen nicht lockern. Die Mahlkörper sind in gewissen Zeitabständen auf die Abnutzung der Messerkanten hin zu untersuchen; etwaige Gratbildung ist vorsichtig zu beseitigen. Schließlich ist auch auf den Reinheitszustand zu achten. Von harzreichen Sulfitzellstoffen herrührende Verharzungen sind mit warmen, schwach alkalischen Lösungen abzuwaschen, oder durch eine Reinigungsmahlung mit Natronzellstoff unter Zugabe einer gesättigten Lösung von Trinatriumphosphat zu entfernen. Nach einer solchen alkalischen Mahlung müssen die Mahlgänge mit Wasser reichlich gespült werden.

**Abhängigkeit der Versuchsergebnisse vom Mahlgerät.** Die mechanische Beanspruchung der Fasern in den vorgenannten Mahlgeräten ist zum Teil sehr verschieden. Nach Merkblatt 102 werden drei typische Mahlbeanspruchungen unterschieden, und zwar die *schneidende*, die *reibend quetschende* und die *drückend quetschende*, die zwar niemals voneinander getrennt auftreten, für die Mahlwirkung der einzelnen Geräte jedoch charakteristisch sind. Vertreter des schneidenden Mahltyps ist der Betriebsmesserholländer, des reibend quetschenden der

<sup>1</sup> Für kleinere Leistungen kann die Jokromühle auch mit 2, 3 oder 4 Führungstöpfen bzw. Mahleinheiten geliefert werden.

RIETH-Holländer und des drückend quetschenden die Jokromühle bzw. die Kugelmühle. Entsprechend dieser unterschiedlichen Mahlbeanspruchung ändern sich nun auch die Festigkeitskurven, die nach Mahlung des gleichen Zellstoffes in den verschiedenen Geräten erhalten werden, wie aus Abb. 268 hervorgeht.

Für die Auswahl der Jokromühle als Mahlgerät der deutschen Einheitsmethode war maßgebend einmal, daß die Abnutzung der Mahlorgane bei der drückend quetschenden Mahlung am geringsten ist, zum anderen, daß in der Jokromühle im Gegensatz zur Kugelmühle ein Rutschen des Stoffes infolge der Riffelung der Mählfäche verhindert und dadurch die Reproduzierbarkeit der Mahlung erhöht wird. Auch die Möglichkeit, den Mahldruck höher als bei der Kugelmühle zu halten, sprach zugunsten der Jokromühle.

### 3. Gerät zur Aufteilung des Stoffes für Blattherstellung und Mahlgradbestimmung (vgl. Merkblatt 106).

Um den Stoff, der nach der Zerfaserung bzw. Mahlung und Egalisierung in Form einer wäßrigen Suspension vorliegt, für die Blattherstellung und Mahlgradbestimmung gewichtsmäßig genau aufteilen zu können, wird in der deutschen Einheitsmethode die Verwendung des in Abb. 269 wiedergegebenen Gerätes empfohlen<sup>1</sup>.

Es besteht aus einem viereckigen Behälter von  $180 \times 180$  mm Grundfläche und 360 mm Höhe, der gegen eine Bodenecke um etwa  $10^\circ$  geneigt ist und in dessen geometrischer Achse eine Welle mit Rührer knapp über den Boden mit  $n = 150/\text{min}$  umläuft. Am Boden des Behälters ist in der tiefstgelegenen Ecke ein Hahn mit einem freien Durchgang von wenigstens 20 mm Dmr. so angebracht, daß die Absperrfläche nicht mehr als 10 mm von der inneren Bodenfläche entfernt ist. Die Rührerwelle wird durch einen Getriebemotor angetrieben.

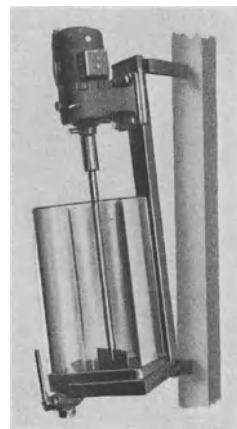


Abb. 269. Verteilgerat der deutschen Einheitsmethode.

### 4. Mahlgradprüfer.

a) **Ältere Apparate.** Das erste Gerät zur Beurteilung des „Feinheitsgrades von Papierstoffen“ stammt von KLEMM<sup>2</sup>. Als Maß für die Beschaffenheit des Stoffes dient der Absitzraum oder das Sedimentivolumen, das ist der Raum, den in Wasser fein verteilter Stoff einnimmt, wenn er sich auf einem Siebboden, durch den das Wasser ablaufen kann, absetzt, wobei röscher Stoff einen größeren Raum einnimmt als schmieriger. Aus dem Volumen des Stoffkuchens kann daher bei gleicher Ausgangsmenge ein Schluß auf die Feinheit oder den Mahlzustand gezogen werden.

Der Apparat besteht aus einem Zylinder, der an einem Stativ befestigt ist. Das untere Ende des Zylinders ist durch ein Sieb und eine Metallplatte, das obere durch einen Deckel mit Hahn verschlossen. In den Zylinder werden nach Abnehmen des Deckels 200 cm<sup>3</sup> Stoffwassergemisch, in dem sich 2 g absolut trocken gedachter Stoff fein verteilt befindet, eingefüllt. Nach Schließen des Deckels und Hahnes wird der Zylinder in Umdrehung versetzt, um eine gute Durchmischung herbeizuführen. Darauf wird der Hahn und sogleich auch die Bodenplatte geöffnet, worauf das Wasser anfänglich rasch, später langsamer abläuft. Das Volumen des im Zylinder verbleibenden Stoffkuchens kann sofort an der Teilung des Glaszylinders abgelesen werden.

Ein ebenfalls älterer Vorschlag zur Bestimmung des Mahlgrades ist der von SKARK<sup>3</sup> konstruierte Apparat, bei dem von 30 zu 30 s die Menge des durch das Sieb geflossenen Wassers gemessen wird; aus den Werten für Zeit und Wassermenge wird dann eine „Stoffkurve“ gebildet, die ein Bild von dem

<sup>1</sup> Lieferfirma: Louis Schopper, Leipzig.

<sup>2</sup> KLEMM: Wbl. Papierfabr. 39 (1908) S. 1005.

<sup>3</sup> SKARK: Papierfabrikant 8 (1910) Festheft S. 49 u. 9 (1911) Festheft S. 83.

Mahlungszustand gibt. Rösche Stoffe ergeben steile, schmierig gemahlene hingegen flache Kurven.

b) **Mahlgradprüfer SCHOPPER-RIEGLER.** Die vorgenannten Apparate sind überholt worden durch den Mahlgradprüfer SCHOPPER-RIEGLER (Abb. 270 und 271), der nicht nur in Deutschland, sondern auch in anderen europäischen Staaten für die Betriebskontrolle weitgehende Verbreitung gefunden und als Standardgerät für die Mahlgradprüfung nach der deutschen Einheitsmethode für die Festigkeitsprüfung von Zellstoffen bestimmt worden ist (vgl. Merkblatt 107).

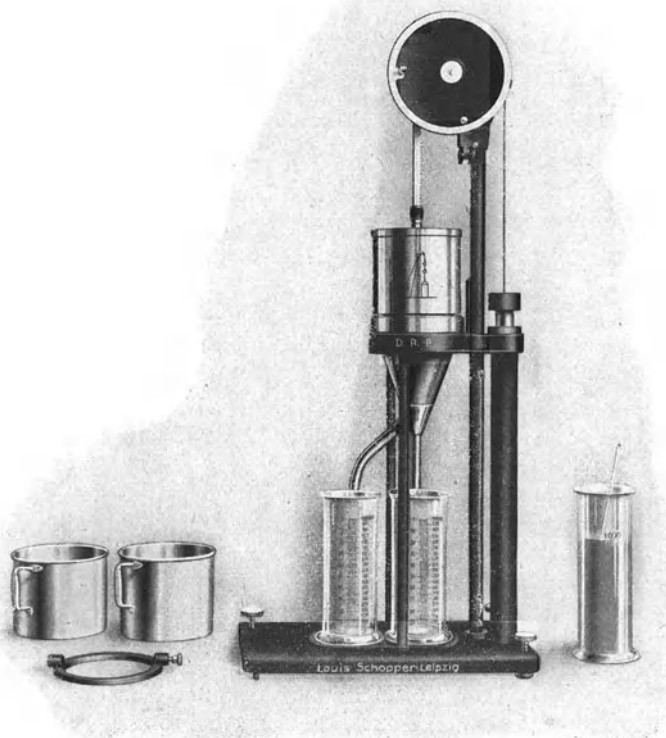


Abb. 270. Mahlgradprüfer nach SCHOPPER-RIEGLER.

*Prinzip des Verfahrens.* Eine bestimmte Probenmenge (2 g abs. trocken gedachter Stoff) wird in 1000 cm<sup>3</sup> Wasser von 20° C ( $\pm 5^\circ$ ) fein verteilt auf ein Filtersieb von bestimmter Feinheit und bestimmtem Flächeninhalt gegossen. Die durch das Sieb geflossene Wassermenge wird in einem Trichter aufgefangen, der mit einer kleinen und einer großen Ausflußöffnung versehen ist. Der Durchmesser der kleinen Öffnung und die Lage der Öffnungen zueinander sind so gewählt, daß das Wasser des zu prüfenden Papierbreies, solange es mit einer größeren Geschwindigkeit als  $\frac{1}{4}$  Liter in der Minute durch das Sieb läuft, vorzugsweise durch die große Öffnung abfließt, aber sobald die Geschwindigkeit geringer wird, nur durch die kleine. In dieser Weise schafft der Apparat selbsttätig eine vom Mahlzustand der Fasern abhängige Trennung des schnell und langsam abfließenden Wassers, das in untergestellten Meßzylindern aufgefangen wird. Maßgebend für die Beurteilung des Stoffes ist nur die schnell abgeflossene Wassermenge. Der Mahlgrad wird erhalten, wenn man die Anzahl Kubikzenti-

meter des schnell durchgegangenen Wassers von 1000 abzieht und den Rest durch 10 teilt. Um diese Rechnung zu ersparen, trägt das Meßglas zwei Teilungen, wovon die mit 100 Teilstrichen und mit dem Nullpunkt oben den *Mahlungsgrad* angibt; die andere, mit dem Nullpunkt am Boden, zeigt in Kubikzentimetern die Menge des schnell abgeflossenen Wassers an.

Der so erhaltene Mahlgrad stellt demnach ein Maß für die Entwässerungsgeschwindigkeit des zu prüfenden Stoffes dar, die von der Durchlässigkeit bzw. Dichte des sich auf dem Sieb absetzenden Faserrückstandes abhängig ist. Da jedoch die Dichte des Faserfilzes von verschiedenen Faktoren (Faserlänge, Fibrillierung, Quellung, Schleim- und Mehlstoffbildung) beeinflusst wird, die wiederum von der Art der Mahlung abhängen, sind die von verschiedenen Stoffen erhaltenen Mahlgradwerte nur dann vergleichbar, wenn die Stoffe im gleichen Gerät unter gleichen Bedingungen gemahlen wurden<sup>1</sup>.

Zu bemerken ist noch, daß sich die Mahlgradanzeige bei fortschreitender Mahlung im hohen Mahlgradgebiet nur wenig ändert, in manchen Fällen sogar ein Sinken des Mahlgrades zu beobachten ist. Nach Merkbl. 107 ist dies darauf zurückzuführen, daß, besonders bei kurzfasrigen oder wenig festen Stoffen, sehr feine Faserteilchen mit dem Wasser durch das Sieb hindurchgehen, wodurch die Dichte des Faserrückstandes auf dem Sieb verringert wird.

Stärker differenzierte Werte auch im hohen Mahlgradgebiet werden bei der Bestimmung der *Entwässerungsdauer* im Blattbildeapparat Rapid-Köthen (s. S. 319) erhalten, wobei die Zeit gemessen wird, in der ein bestimmtes Wasservolumen aus dem Faserwassergemisch durch ein Sieb abläuft. Das in Merkbl. 107 ausführlich beschriebene Verfahren gilt jedoch nicht als Standardprüfung.

In ähnlicher Weise, jedoch bei einer höheren Stoffdichte, die der auf der Papiermaschine angenähert ist, wird nach einem Vorschlag von BRECHT und HOLL<sup>2</sup> mit Hilfe des SCHOPPER-RIEGLER-Apparates die Entwässerungsdauer von Holzschliff bestimmt (vgl. S. 340).

*Bau des Gerätes.* In ein Stativ ist eine trichterförmige Scheidekammer *c* mit zwei Ausflußöffnungen verschiedener Größe *e* und *d* und Abflußrohren *e*<sub>1</sub> und *d*<sub>1</sub> eingesetzt. Auf der Scheidekammer ist eine Füllkammer *a* angeordnet, die ein Sieb *b* von bestimmter Maschenweite und bestimmter Fläche besitzt. Über der größeren Öffnung *e* befindet sich ein Schutzdach<sup>3</sup>, das ein direktes Einströmen des durch das Sieb fließenden Wassers in diese Öffnung verhindert. In die Füllkammer *a* kann ein mit Dichtung *f*<sub>1</sub> versehener Dichtungskegel *f* eingesetzt werden, der die Füllkammer gegen die Scheidekammer abschließt, damit vor dem Versuch die Einfüllung der Probe erfolgen kann.

Zum Ausheben des Dichtungskegels aus der Füllkammer wird die lebendige Kraft eines fallenden Gewichtes benutzt. Zu diesem Zweck ist an dem Kegel eine Zahnstange *g*

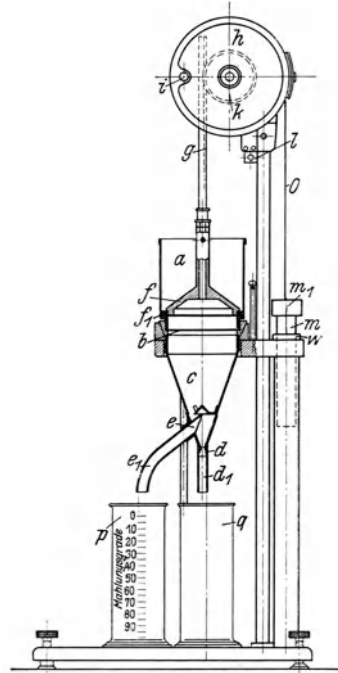


Abb. 271. Mahlgradprüfer nach SCHOPPER-RIEGLER (schematisch).

<sup>1</sup> Vgl. Merkbl. 102 und 107; ferner STEINSCHNEIDER u. GRUND: Papierfabrikant **36** (1938) S. 1. — MUNDS: Papierfabrikant **35** (1937) S. 422.

<sup>2</sup> BRECHT, W. u. M. HOLL: Papierfabrikant **37** (1939) S. 74.

<sup>3</sup> Das bei früheren Ausführungen in die Scheidekammer fest eingeschraubte Schutzdach wird neuerdings so angebracht, daß es bei der Kontrolle des Apparates herausgenommen werden kann (vgl. Merkbl. 107).

angebracht, die mit einem Zahnrad  $h$  im Eingriff steht. Das Zahnrad ist mit einer Rolle  $h$  fest verbunden, über die eine Schnur  $o$  gelegt ist. Am freien Ende der Schnur ist das zweiteilige Gegengewicht  $m$ ,  $m_1$  befestigt. In seiner Anfangslage wird das Gegengewicht durch eine Arretierung am Fallen gehindert. Wird der Arretierhebel  $l$  nach unten umgelegt, so bewegt sich das Gewicht abwärts und der Kegel wird ausgehoben. Um eine ständige Zunahme der Geschwindigkeit der Hubbewegung zu verhindern, wird nach einer bestimmten Fallstrecke ein Teil des Gegengewichtes durch einen Gummiring  $w$ , auf den sich das Teilgewicht  $m_1$  auflegt, am Weiterfallen gehindert. Das weiterfallende Gewicht  $m$ , welches im Ruhezustand dem Dichtungskegel das Gleichgewicht hält, wird nach beendigtem Kegelhub durch ein Pufferstück aufgefangen. Nach beendigtem Versuch wird der Dichtungskegel auf den Kegelsitz der Füllkammer dadurch gebracht, daß die Rolle  $h$  am Handgriff  $i$  entgegengesetzt dem Uhrzeigerdrehsinn bewegt wird, bis die Arretierung einfällt. (Die genormten Abmessungen der einzelnen Apparateile sind im Merkbl. 107 aufgeführt.)

*Behandlung und Kontrolle des Gerätes.* Bevor mit dem Apparat Versuche ausgeführt werden, ist dieser genau auszurichten. Zu diesem Zweck sind an der Grundplatte 3 Stell-schrauben, sowie am Stativ ein Senklot und eine Gegenschneide angebracht.

Das Sieb muß sauber und knitterfrei sein. Läßt es sich nicht mehr eben einspannen, ist es durch ein neues zu ersetzen. Durch Zellstoff verharzte Siebe sind mit Kalkmilch und einer Bürste zu reinigen. Das Innere des Apparates, insbesondere die Scheidekammer mit Düsen und Ausflußrohren sowie der Dichtungskegel sind durch Spülen und Ausspritzen mit Wasser von anhaftenden Fäserchen stets freizuhalten, wobei die Scheidekammer vom Stativ zu lösen und das Schutzdach über der großen Ausflußöffnung zu entfernen ist. Ferner ist darauf zu achten, daß der Dichtungskegel nach dem Aufsetzen auf den Füllkammersitz und nach dem Einklinken des Arretierhebels absolut dicht hält, wenn klares Wasser in die Füllkammer gegeben wird. Die richtige Einstellung des Dichtungskegels erfolgt durch Verstellen der am Übergang zur Zahnstange befindlichen Verschraubung mit Gegenmutter. Nötigenfalls ist die Gummidichtung zu erneuern.

Siebbeschaffenheit und Ordnungsmäßigkeit der Ausflußöffnungen können dadurch kontrolliert werden, daß der sog. *Wasserwert* des Apparates bestimmt wird. Man verfährt hierbei folgendermaßen: Der Apparat wird wie für einen normalen Versuch zusammengesetzt. 1000 cm<sup>3</sup> abgekochtes Leitungswasser von 20° C werden in die Füllkammer gebracht. Der Ventilkegel wird gezogen. Das Wasser geht durch das Sieb in die Scheidekammer und sammelt sich teils im Meßgefäß  $p$  und teils im Meßgefäß  $q$ . Wenn Sieb und Ausflußöffnungen in normalem Zustande sind, befinden sich 960 cm<sup>3</sup> schnell abfließendes Wasser in  $p$  und 40 cm<sup>3</sup> langsam abfließendes Wasser in  $q$ . Die Zeit vom Kegelheben bis zum Aufhören des Wasserfließens beträgt 8 s<sup>1</sup>.

*Probenentnahme für den Versuch.* Die Entnahme von genau 2 g abs. trocken gedachten Stoffes ist bei der Festigkeitsprüfung von Zellstoffen nach der Einheitsmethode dadurch gesichert, daß von einer abgewogenen Stoffmenge ausgegangen und diese nach der Mahlung in bestimmter Weise aufgeteilt wird (vgl. S. 328).

Erfolgt die Entnahme aus dem Holländer, so wird die Probe zweckmäßig mit einem Schöpfgefäß entnommen, dessen Fassungsvermögen der Stoffdichte angepaßt ist, so daß es bei Füllung bis zum Rand die vorgeschriebene Stoffmenge aufnimmt.

Bei Stoffen, deren Konzentration nicht bekannt ist, wird in der Weise verfahren, daß eine kleine Stoffmenge mit einem Trichtersieb geschöpft und mit der Hand ausgedrückt wird. Erfahrungsgemäß läßt sich der Stoff auf diese Art soweit auspressen, daß der absolute Trockengehalt annähernd  $\frac{1}{3}$  des Stoffgewichts im feuchten Zustand beträgt. Von dem ausgepreßten Stoff werden daher 6 g abgewogen und für den Versuch verwendet.

*Versuchsausführung.* Die Probe wird in den Vorbereitungszyylinder  $s$  gebracht und in etwa 200 cm<sup>3</sup> Wasser gut aufgequirlt; darauf wird Wasser von 20° C bis zur Marke am Zylinder auf genau 1000 cm<sup>3</sup> aufgefüllt. Dann wird die Probe in einen der Mischtröpfe  $r$  geschüttet und zwischen beiden Mischtröpfen so lange vorsichtig hin- und hergegossen, bis die Fasern im Wasser gleichmäßig verteilt sind.

Nach dem Mischen wird die Probe bei eingesetztem Dichtungskegel  $f$  in die Füllkammer  $a$  des Mahlungsgradprüfers eingegossen und die Arretierung des

<sup>1</sup> Das Merkbl. 107 enthält noch Angaben über die Eichung der Ausflußöffnungen. Etwa erforderliche Abänderungen des Apparates, die sich aus dieser Kontrollprüfung ergeben, sind jedoch zweckmäßig der Herstellerfirma zu überlassen.

Gegengewichtes  $m$ ,  $m_1$  gelöst<sup>1</sup>, so daß der Dichtungskegel selbsttätig ausgehoben wird. Das Stoffwassergemisch dringt nun in den unteren Raum der Füllkammer, deren Boden das Sieb  $b$  bildet. Der Faserstoff setzt sich auf dem Sieb ab, während das Wasser durch die Stoffschicht und das Sieb in die Scheidekammer  $c$  dringt. Von dort gelangt es durch die Ausflußöffnungen  $e$  und  $d$  in die Meßgefäße  $p$  und  $q$ . Wieviel durch die eine oder andere Öffnung abfließt, hängt von der Beschaffenheit des Stoffes ab. Bei „röschem“ Stoff fließt das Wasser schnell ab und sammelt sich hauptsächlich im Meßgefäß  $p$ , bei „schmierigem“ Stoff fließt das Wasser langsam ab und läuft vorzugsweise in das Meßgefäß  $q$ . Der Mahlgrad wird an der rotmarkierten Teilung des Meßgefäßes  $p$ , das das schnell abfließende Wasser aufnimmt, abgelesen.

#### Berichtigung des Mahlgrades.

Da das Ergebnis der Mahlgradprüfung unter anderem von der für den Versuch verwendeten Stoffmenge abhängig ist, muß diese nachträglich kontrolliert und der am Meßzylinder abgelesene Mahlgrad berichtigt werden, wenn die Probemenge von dem vorgeschriebenen Gewicht von 2 g abweicht. Zu diesem Zwecke wird durch Aufsetzen der Füllkammer auf eine Absaugvorrichtung ein Teil des im Stoffkuchen verbleibenden Wassers entfernt, der Stoffkuchen mit dem Sieb aus der Füllkammer herausgenommen, auf einen Filz abgegauscht und zwischen Filzen in einer Kopierpresse ausgepreßt. Darauf wird

der Stoffkuchen bis zum gleichbleibenden Gewicht getrocknet und zweckmäßig auf einer Waage, wie Abb. 44 zeigt, gewogen. Bei Abweichung der Probemenge vom Sollgewicht wird der abgelesene Mahlgrad mit Hilfe der von DALÉN aufgestellten Kurventafel (Abb. 272) korrigiert<sup>2</sup>.

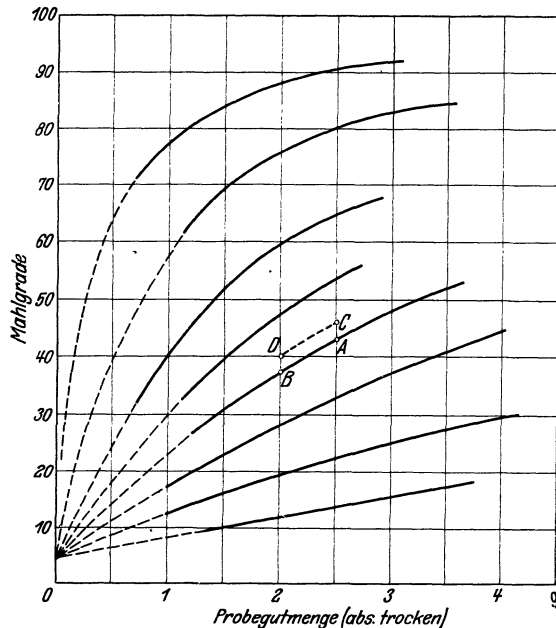


Abb. 272. Abhängigkeit des Mahlgrades von der Probemenge.

<sup>1</sup> Nach Merkbl. 107 soll die Klinke zum Abheben des Dichtungskegels 5 s nach dem Eingießen der Probe ausgelöst werden.

<sup>2</sup> Zellstoff u. Papier 9 (1929) S. 154.

In der Kurventafel sind auf der Ordinate die Mahlgrade und auf der Abszisse die Probengewichte aufgetragen. Die Verwendung der Kurven sei an zwei Beispielen erläutert:

**Beispiel 1.** Es wird angenommen, daß der am Meßzylinder  $p$  abgelesene Mahlgrad 43, das Gewicht des absolut trocknen Stoffkuchens 2,5 g beträgt. Der Schnittpunkt  $A$  der Mahlgradordinate 43 mit der 2,5 g Probemengenabszisse liegt auf einer der auf der Tafel aufgestellten Kurven. Die Berichtigung des Mahlgrades erfolgt nun in der Weise, daß die Kurve nach links bis zum Schnittpunkt  $B$  mit der 2 g-Abszisse verfolgt wird. An diesem Schnittpunkt, der zwischen den Ordinaten 37 und 38 liegt, ergibt sich der korrigierte Mahlgrad 37,5.

**Beispiel 2.** Der am Meßzylinder  $p$  abgelesene Mahlgrad beträgt 46, das Gewicht des getrockneten Stoffkuchens 2,5 g. Der Schnittpunkt  $C$  der zu diesen Werten gehörigen Koordinaten liegt zwischen zwei der dargestellten Kurven. In diesem Fall denkt man sich eine zur nächstliegenden Kurve gezogene Parallele. Der korrigierte Mahlgrad ergibt sich dann aus dem Ordinatenwert des Schnittpunktes  $D$  der gedachten Kurve mit der 2 g-Abszisse. Dieser beträgt im angenommenen Fall 40.



*Einfluß der Temperatur des Stoffwassers*<sup>1</sup>. Wie bereits erwähnt, soll das zum Versuch verwendete Stoffwassergemisch eine Temperatur von 20° ( $\pm 5^\circ$ ) haben. Über- oder Unterschreitung dieser Temperaturgrenzen führt zu fehlerhaften Bestimmungen. Die Abhängigkeit der Mahlgrade von der Temperatur des Stoffwassers bei verschiedenen Stoffen gibt die Kurventafel Abb. 273 wieder.

*Genauigkeit der Ergebnisse*. Bei genauer Einhaltung der Versuchsbedingungen liefert der SCHOPPER-RIEGLER-Apparat in seiner neueren Ausführung mit selbsttätiger Kegelhubvorrichtung gut reproduzierbare Werte.

Im Materialprüfungsamt wurde die Gleichmäßigkeit der Ergebnisse unter Verwendung verschiedener Stoffe bei verschiedenen Mahlgraden überprüft<sup>2</sup>. Bei 24 Versuchsreihen betrug die größte Abweichung innerhalb 10 Mahlgradbestimmungen der gleichen Mahlstufen vom Mittelwert 1 Mahlgrad. Die größte Abweichung der von drei Versuchsausführenden gefundenen Werte (Mittel aus je 10 Einzelbestimmungen) vom Gesamtmittel betrug  $\frac{1}{2}$  Mahlgrad.

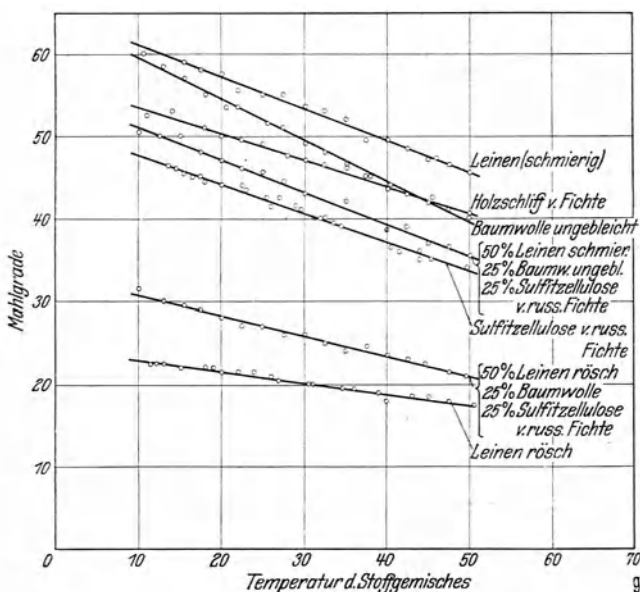


Abb. 273. Abhängigkeit des Mahlgrades von der Temperatur.

geräten eine Trennung des durch das Sieb schnell und langsam abfließenden Wassers einer Fasersuspension bestimmter Stoffdichte statt. Unterschiede zwischen den einzelnen Apparaten bestehen hinsichtlich Anordnung der Abflußrohre und der Düsenabmessungen, zum Teil auch in der anzuwendenden Menge und Konzentration des Faserstoff-Wassergemisches, so daß die Ergebnisse nicht direkt vergleichbar sind. Kurven, die einen angenäherten Vergleich der mit den verschiedenen Apparaten erhaltenen Werte gestatten, sind an den unten genannten Stellen veröffentlicht<sup>4</sup>.

Zu bemerken ist noch, daß bei den amerikanischen Apparaten der Mahlzustand des Stoffes durch die Anzahl Kubikzentimeter des schnell abfließenden Wassers beurteilt wird, während der am Meßzylinder des SCHOPPER-RIEGLER-Apparates abgelesene Mahlgrad durch Abzug dieser Wassermenge von 1000 und Division durch 10 definiert ist. Ein schmieriger Stoff wird demnach nach

<sup>1</sup> Siehe auch BRECHT: Papierfabrikant **25** (1927) Heft 24 A, S. 45.

<sup>2</sup> KORN, R.: Wbl. Papierfabr. **61** (1930) S. 1336.

<sup>3</sup> CLARK, C.: Paper Trade J. Bd. 92 (1931) Nr. 23, S. 42. — KLEIN: Zellstoff u. Papier **16** (1936) S. 460. — MUNDS: Papierfabrikant **35** (1937) S. 422.

<sup>4</sup> CLARK: Siehe Fußnote 3. — KLEIN: Siehe Fußnote 3.

c) **Amerikanische Mahlgradprüfer**. In Anlehnung an den SCHOPPER-RIEGLER-Apparat sind in Amerika mehrere Mahlgrad- (Freeness-) Prüfer entstanden, von denen die nach GREEN und nach WILLIAMS die bekanntesten sind<sup>3</sup>. Das GREENsche Gerät hat die Grundlage für einen in Kanada eingeführten Standardapparat gebildet. Von WILLIAMS bestehen 4 Apparate in verschiedenen Ausführungen. Bis auf eine Ausnahme (s. unten) findet auch bei diesen Ge-

SCHOPPER-RIEGLER durch eine hohe Mahlgrad-, bei den amerikanischen Apparaten durch eine niedrige „Freeness“-Zahl gekennzeichnet.

Von dem vorgenannten Prinzip weicht die von WILLIAMS zuletzt konstruierte, als Präzisionsgerät bezeichnete Apparatur ab, bei der die Zeit gemessen wird, die zum Durchfluß von 1000 cm<sup>3</sup> Wasser der Suspension durch das Sieb erforderlich ist. Angewendet werden Stoffdichten von 0,2 bis 0,4%; die Durchflußzeiten werden unter Berücksichtigung der Stoffkonzentration und -temperatur mit Hilfe von Eichkurven korrigiert.

Schließlich ist noch das für die *Betriebskontrolle* bestimmte *Green-Automatic-Gerät*<sup>1</sup> zu erwähnen, mit dem der Mahlgrad im Holländer unmittelbar festgestellt wird. Es besteht aus einem zylindrischen Siebkörper, in dessen Inneren ein Rohr mit offenem Boden befestigt ist. In diesem Rohr befindet sich ein Schwimmer, der eine mit einer Skala versehene, durch den oberen Deckel des Gerätes hindurchgehende Spindel trägt. Beim Eintauchen des Gerätes in den Holländerstoff dringt das Wasser durch den Siebkörper in das innere Rohr und hebt den Schwimmer mit der Spindel. Wasser und Schwimmer steigen um so höher, je röcher der Stoff ist. Da die Ergebnisse von der Stoffdichte abhängig sind, sind nur die von ein und derselben Mahlung erhaltenen Werte vergleichbar.

### 5. Geräte zur Blattbildung, Pressung und Trocknung.

Die Herstellung der Prüfblätter aus dem gemahlten Stoff erfordert, wie bereits auf S. 308 hingewiesen wurde, genau wiederholbare Vorgänge in bezug auf *Faserlagerung* und *Verdichtung des Fasergefüges*, weil hiervon die im Papierblatt wirksamen Adhäsionskräfte und damit die Festigkeitseigenschaften stark beeinflußt werden.

Während man sich ursprünglich damit behalf, die Probeblätter aus einer größeren Menge des gemahlten Stoffes mittels des *Handschöpfverfahrens* herzustellen, ging man später zur Benutzung von *Blattbildeapparaten* über, mit denen die Herstellung von Blättern gleichen Quadratmetergewichts aus kleinen abgemessenen Stoffmengen unter Ausschaltung subjektiver Einflüsse ermöglicht wird. Die Arbeitsweise dieser Apparate muß so geregelt sein, daß sich die Fasern auf dem Sieb hinsichtlich Masse gleichmäßig verteilen und dabei — um ein isotropes Prüfblatt zu erhalten — keine bevorzugte Richtung einnehmen.

Da die Verdichtung des Fasergefüges in erster Linie von der Pressung und Trocknung der Blätter abhängig ist, müssen auch diese Vorgänge in genau definierter Weise erfolgen, wobei anzustreben ist, daß die Verdichtung möglichst der bei der Maschinenarbeit entspricht (vgl. Merkbl. 102).

Die vorgenannten Bedingungen werden von der für die deutsche Einheitsmethode von POSSANNER VON EHRENTAL und UNGER entwickelten Blattbildungs- und Trocknungsanlage „Rapid-Köthen“ erfüllt, bei der das Pressen und Trocknen gleichzeitig in einem Arbeitsgang erfolgt.

#### a) Blattbildungsapparat „Rapid-Köthen“<sup>2</sup>.

*Beschreibung des Apparates.* Die Einrichtung (Abb. 274) setzt sich zusammen aus dem *Blattbildner* (A), dem *Trockner* (C) mit dem *Heißwasserbereiter* (E) und der *Heißwasser-Umlaufpumpe* (F), sowie einer *Pumpe* mit *Antriebsmotor* (D), welche als Wasser-, Druckluft- und Vakuumpumpe Blattbildner und Trockner bedient.

<sup>1</sup> WUNDERLICH: Wbl. Papierfabr. 64 (1933) S. 175. — HAURY: Papierfabrikant 33 (1935) S. 34.

<sup>2</sup> Lieferfirma Louis Schopper, Leipzig.

α) Der *Blattbildner* (Abb. 274 und 275) besteht aus der Füllkammer (1), der Saugkammer (4), dem Wasservorratsbehälter (5) und dem dazwischen liegenden Siebteil, der bei geschlossener Apparatur den Boden der Füllkammer bildet.

Die mit einer Literteilung versehene gläserne Füllkammer nimmt das Stoff-Wassergemisch auf und ist zur Bedienung des Siebteiles aufklappbar; während der Blattbildung wird sie durch zwei Bügel an den Siebteil angepreßt. In dem Bodenring (6) der Füllkammer ist ein Ringkanal angeordnet, der mit zwei Reihen nach der Mitte des Ringes gerichteter

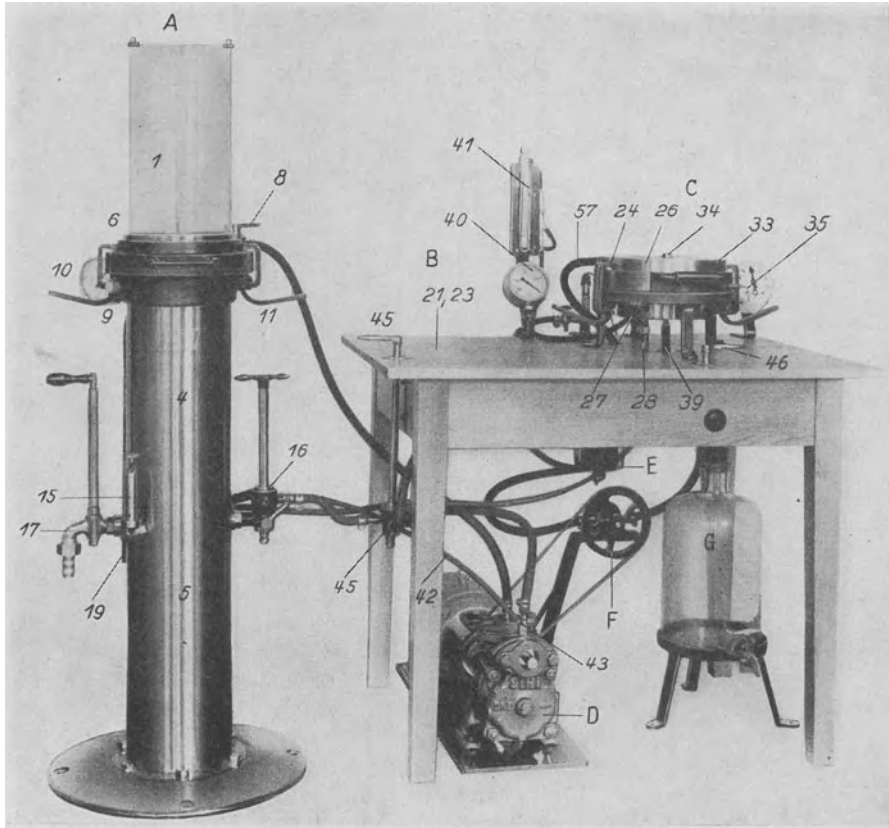


Abb: 274. Blattbildungsapparat „Rapid-Kothen“.

Bohrungen versehen ist, durch die das Wasser und die Luft in die Füllkammer eingeführt werden. Der Füllkammerhahn (8) verbindet die von der Pumpe (D) kommende Druckleitung in Stellung *I* mit dem Ringkanal, in Stellung *II* mit einer in den Abfluß gehenden Schlauchleitung. — Der *Siebteil* setzt sich aus einem Siebstützrahmen (3) und dem darauf ruhenden abnehmbaren Blattbildungssieb (2) zusammen. Der Stützrahmen ist mit einem Siebtuch Nr. 20 bespannt<sup>1</sup>, das durch parallel angeordnete Stege gestützt wird. Das Blattbildungssieb besteht aus Nickeldrahtgewebe Nr. 160<sup>2</sup> und einem Spanning, durch den das auswechselbare Siebtuch gespannt gehalten wird. — Das obere Ende der Saugkammer (4) wird von einem Tragring (9) gebildet, an dem ein Vakuummeter, das den

<sup>1</sup> Kette . . . . . 8 Drähte/cm,  
Schuß . . . . . 7 Drähte/cm,  
Drahtstärke . . . . . 0,35 mm Dmr. (einfache Leinenbindung).

<sup>2</sup> Kette . . . . . 60 Drähte/cm,  
Schuß . . . . . 55 Drähte/cm,  
Drahtstärke . . . . . 0,06 bis 0,065 mm Dmr. (Körperbindung).

Unterdruck in der Saugkammer anzeigt, und ein Entlüftungsstutzen (11) mit Gummistopfen angebracht ist. Der Saugkammerboden (13) ist gleichzeitig die obere Begrenzung des darunter befindlichen Wasservorratsbehälters (5). An diesem Bodenteil sind die meisten Zu- und Ableitungen des Blattbildners angebracht, die sich zum Teil innerhalb des Bodenteils als Kanäle fortsetzen. In der Mitte des Bodens ist ein senkrecht nach oben gehendes Saugrohr mit einer gegen das Eindringen von Wasser schützenden Überdachung eingeschraubt. Dieses Rohr steht mit dem Regulierventil (15) und über den Hauptschalzhahn (16) mit der Pumpe (D) bzw. der Atmosphäre in Verbindung und dient zur Evakuierung bzw. Belüftung der Saugkammer. An der Außenwand des Bodenteils befindet sich links vorn das Schnüffelventil (15), das verstellbar ist und den Unterdruck in der Saugkammer maximal (200 mm QS) abzugrenzen gestattet. Links seitwärts befindet sich der Wasserablaßhahn (17) der Saugkammer. An der Rückseite ist der Wasserzuflußstutzen (18) zum Wasservorratsbehälter (5) und dessen Wasserüberlautrohr (19) angeordnet. In der Mitte hinten befindet sich ein Dreiweghahn, der in Stellung I den Wasservorratsbehälter (5) oder in Stellung II einen anderen Wasserbehälter mit dem Hauptschalzhahn (16) verbindet. Rechts seitwärts ist der Hauptschalzhahn (16) angeordnet, der in zwei Ebenen mit vier Vierteldrehungen sämtliche Arbeitsgänge schaltet. — Der Wasserbehälter (5) bildet den Unterteil des Blattbildners und ist einerseits durch eine Flanschverschraubung mit der Fußplatte und andererseits mit dem Bodenteil der Saugkammer (4) verbunden. In ihn münden die von dem Saugkammerbodenteil (13) ausgehenden Rohranschlüsse: die Frischwasserzuführung (18), die über den Hauptschalzhahn (16) zur Pumpe (D) führende Wasserausleitung und die Überlaufleitung (19).

b) Der *Trockner* (Abb. 274 und 276) setzt sich zusammen aus dem *Tragring* (24) mit dem *Siebstützrahmen* (25), dem *Trocknerdeckel* (26) und dem *Kondensationsgefäß* (27) mit den *Vakuumeßgeräten* (40 und 41), sowie der *Heißwasser-Umlaufpumpe* (F) und einem *Vakuumspeicher* (G).

Der *Tragring* (24) trägt den *Siebstützrahmen*, den *Trocknerdeckel* (26) und das *Kondensationsgefäß* (27). *Tragring* und *Deckel* sind auf der Rückseite durch ein *Scharnier* verbunden, wodurch der *Deckel* mit dem *Griff* nach rückwärts zu klappen ist. Ferner sind an dem *Tragring* seitwärts zwei *Klammern* angebracht, mit welchen der *Deckel* gegen den *Tragring* gepreßt werden kann, desgleichen an der Unterseite des *Tragringes* vier *Bügel* (28), mit denen das *Kondensationsgefäß* (27) dauernd an den *Tragring* angepreßt ist. Der luftdichte *Abschluß* zwischen dem *Tragring* und dem *Deckel* einerseits und dem *Kondensationsgefäß* andererseits geschieht durch *Zwischenschaltung* von zwei *Gummiringen*.

Der *Siebstützrahmen* entspricht dem *Stützrahmen* des Siebteiles des Blattbildners<sup>1</sup>. Auf ihn wird das Blattbildungssieb bzw. der Trägerkarton mit dem vom Sieb abgegautschten Blatt aufgesetzt (s. S. 324).

Der *Trocknerdeckel* (26) dient zur Erhitzung des Faserfilzes. Er stellt einen Ringkörper mit einem *Zwischenboden* dar; in geringem Abstand von letzterem ist mittels eines *Spannrings* (31) eine *Gummimembran* (32) angebracht, über die das heiße Wasser geleitet wird.

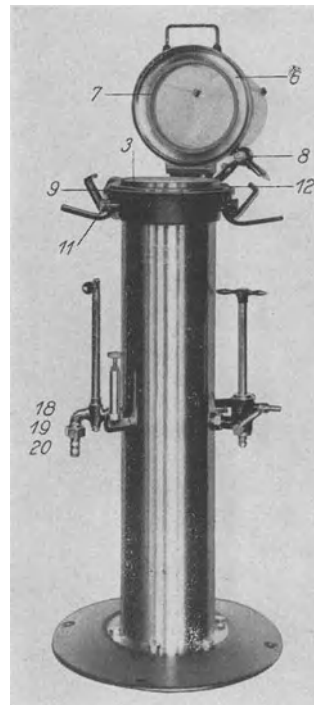


Abb. 275. Blattbildner des „Rapid-Köthen“.

<sup>1</sup> *Bespannung* (Phosphorbronze-Gewebe):

oberes Siebtuch:	Kette . . . . .	32 Drähte/cm,
	Schuß . . . . .	24 Drähte/cm,
	Drahtstärke . . . . .	0,16 bis 0,17 mm Dmr.;
unteres Siebtuch:	Kette . . . . .	8 Drähte/cm,
	Schuß . . . . .	7 Drähte/cm,
	Drahtstärke . . . . .	0,35 mm Dmr.;
Stützplatte:	Dicke . . . . .	2 mm,
	Bohrungen . . . . .	4 bis 3 mm,
	Abstand der Bohrungen . . . . .	5 mm.

Der Zwischenboden ist mit zwei Führungskanälen für das Heißwasser versehen, welche in Verbindung mit einem Verteilerblech einen gleichmäßigen Fluß des Wassers über die Membran bewirken. Der innerhalb des Deckels über dem Zwischenboden befindliche Raum ist zur Verminderung des Wärmeüberganges an die Luft mit einem Blech (33) abgedeckt. Für die Messung des Heißwasserdruckes ist ein Manometer vorgesehen. Der Deckel kann durch einen Griff in Verbindung mit dem rückwärts angebrachten Scharnier abgehoben werden. Ferner sind ein Belüftungstift (35) für den Vakuumraum und an der Rückseite die Heißwasserzulußleitung (36) und die Abflußleitung (37) angebracht.

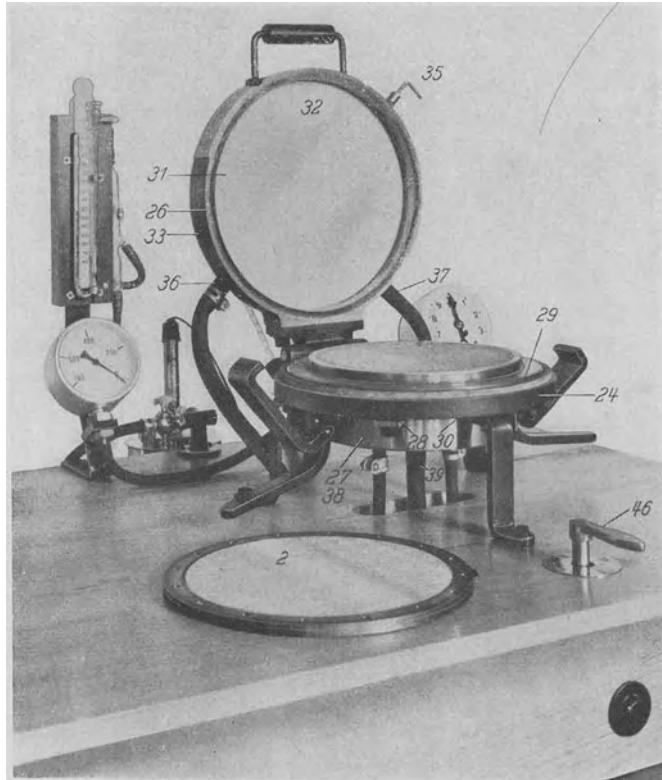


Abb. 276. Trockner des Blattbildungsapparates „Rapid-Kothen“.

Das *Kondensationsgefäß* (27) dient der Verdichtung des im Vakuumraum bei der Trocknung entstehenden Wasserdampfes. Der eingebaute Kühlkörper füllt das Gefäß so aus, daß zwischen den Wandungen nur noch ein geringer Zwischenraum vorhanden ist. Der Zu- und Abfluß (38) des Kühlwassers geht durch den Boden des Kondensationsgefäßes hindurch, in der Mitte des Bodens ist der Evakuierstutzen (39) angeordnet. Zur Einstellung und Überwachung des in dem Kondensationsgefäß herrschenden Unterdruckes sind hinter dem Trockner als Vakuummeter ein Zeigerinstrument und ein Quecksilbermanometer angeordnet. Das Zeigervakuummeter gestattet die Ablesung des Unterdruckes von 0 bis 760 mm QS. Es genügt jedoch allein nicht zur genauen Überwachung des Vakuums, da seine Anzeige vom augenblicklichen Atmosphärendruck abhängig ist. Es ist daher außerdem noch ein Quecksilbervakuummeter vorgesehen, mit dem der absolute Druck im Trockner gemessen werden kann. Dieser ergibt sich aus dem Höhenunterschied der beiden Quecksilbersäulen.

Der *Heißwasserbereiter* (E) dient der Wassererhitzung für den Trockner und besteht aus einem zylindrischen Gefäß mit Deckel und ist für Zu- und Abfluß des Wassers mit zwei Schlauchanschlüssen versehen. Er ist an der Rückseite des Tisches so befestigt, daß der Zufluß 140 mm, der Abfluß 280 mm unterhalb der Tischebene sich befindet, und mit einem elektrischen Tauchsieder mit einer Leistung von etwa 1500 Watt ausgerüstet, der die Wasser-

temperatur mit Hilfe eines Kontaktthermometers (Kontakt bei 97° C) und eines Relais bei 95—97° C hält.

Die *Heißwasser-Umlaufpumpe* (*F*) ist auf einer Konsole, die an der Grundplatte des Pumpenaggregats (*D*) angebracht ist, befestigt und drückt das ihr von dem Heißwasserbereiter zufließende Wasser in den Trockner, aus dem es wieder in den Heißwasserbereiter zurückfließt. Die Pumpe arbeitet mit einer Drehzahl von etwa 800 U/min und fördert rd. 6 l/min. Der Antrieb erfolgt durch Riementrieb vom Elektromotor aus.

c) Der *Vakuumspeicher* hat die Aufgabe, das Vakuum im Trockner aufrechtzuerhalten, solange die Pumpe (*D*) für die Blattbildung verwendet wird. Der kleine Kondensationsraum im Trockner wird bei geschlossener Saugseite durch das Kondensat verringert, so daß dadurch ein Absinken des Vakuums wahrzunehmen ist. Wird nun ein größerer Vakuumraum parallel geschaltet, so ist die Verringerung des Luftvolumens durch das Kondensat so gering, daß das Vakuum längere Zeit nahezu konstant bleibt.

Der Vakuumspeicher besteht zur Sichtbarmachung des Kondensats aus einer starkwandigen Glasflasche mit etwa 12 Liter Inhalt, die auf einem Gestell ruht und mit dem Schalthahn (*46*) des Trockners in Verbindung steht. In der Flaschenwandung ist dicht über dem Boden ein gut abdichtender Hahn zum Ablassen des Kondensats angebracht.

d) Die *Pumpe D* hat die Aufgabe, das Wasser und die Luft in die Füllkammer (*1*) zu fördern und die Saugkammer (*4*) zu evakuieren, desgleichen muß sie auch die Vakuumhaltung des Trockners (*C*) und des Vakuumspeichers (*G*) übernehmen.

Die Pumpe ist eine selbstansaugende „Sihi“-Wasserringpumpe aus zinkfreier Bronze mit Welle aus V 2 A-Stahl und läuft mit 1400 U/min. Die Pumpe muß während des Betriebes zur Erneuerung des Wasserringes dauernd etwa 2 l/min Frischwasser bekommen, das sie aus dem Wasserbehälter (*5*) durch die Kühlwasserleitung (*42*) selbst ansaugt. Letztere zweigt am Hauptschalthahn (*16*) ab und mündet in eine kleine, am Saugstutzen der Sihi-Pumpe befindliche Schlauchtülle. An dem Saugteil der Pumpe ist ferner ein Regulierventil (*44*) in Form eines konischen Stiftes angeordnet, durch welches eine beliebige Luftmenge in den Saugraum eingeführt werden kann. Damit kann das Vakuum, das der Trockner benötigt, genau eingestellt werden. Zur Pumpe ist noch der Umschalthahn (*45*) zu rechnen, der den Saugteil der Pumpe in Stellung *B* mit dem Blattbildner, in Stellung *T* mit der Trocknungsanlage verbindet.

#### *Arbeitsweise des Blattbildungsapparates „Rapid-Köthen“.*

Bei Betätigung des Gerätes wird zunächst Wasser in die Füllkammer gedrückt, das dicht über dem Sieb strahlenförmig nach der Mitte der Kammer einströmt. In den entstehenden Wasserwirbel wird von oben eine abgemessene Menge des Stoffbreies hinzugegeben und der Wasserzulauf nach Erreichung eines bestimmten Verdünnungsgrades abgestellt. An Stelle des Wassers wird nun Luft in das Faserstoff-Wassergemisch gepreßt. Die aufsteigenden Luftblasen bewirken ein starkes Durcheinanderwirbeln der Fasern unter Vermeidung von Strömungen parallel zur Siebebene, so daß sich die Fasern bei der Entwässerung in keiner bevorzugten Richtung auf dem Sieb ablagern.

Nach Unterbrechung der Luftzufuhr wird das Wasser durch das Sieb hindurch in die Saugkammer überführt, welche vor dem Beginn der Entwässerung mit Luft gefüllt gehalten wird. Bei geschlossenem Saugraum kann das Wasser infolge der Oberflächenspannung nicht durch die Siebmaschen treten. Zum Einleiten der Entwässerung wird die Luft aus der Saugkammer durch die Luftpumpe entfernt, wodurch in gleichem Maße das Wasser der Stoffsuspension in diese einströmt. Mit fortschreitender Entwässerung erfährt das Wasser beim Durchtreten durch den sich bildenden Faserfilz einen immer größer werdenden Widerstand, wodurch der Unterdruck in der Saugkammer zunimmt. Dieser wird durch das Regulierventil nach oben begrenzt. Das gesamte abgesaugte Wasser verbleibt bis zur beendigten Blattbildung in der Saugkammer. Das nasse Blatt wird vom Sieb auf einen Chromoersatzkarton von 200 g/m<sup>2</sup> (240 mm Dmr.)

abgautscht, mit einem Blatt Schreibpapier von 60/70 g/m<sup>2</sup> (205 mm Dmr.) bedeckt und in den Trockner gebracht, wo es beim Schließen des Apparats

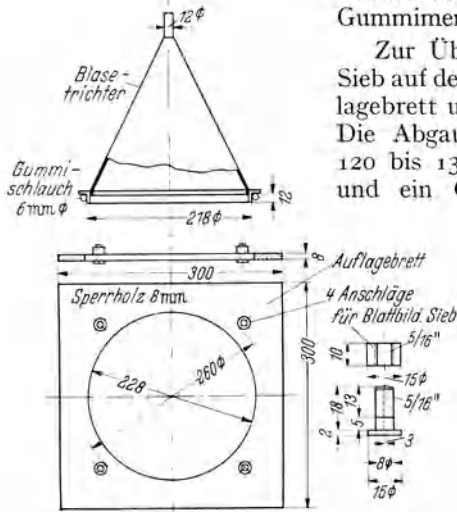


Abb. 277. Abblasevorrichtung

von der an der Unterseite des Deckels befindlichen Gummimembran bedeckt wird.

Zur Überführung des nassen Faserfilzes vom Sieb auf den Karton wird eine Gautschrolle, ein Auflagebrett und ein Blasetrichter benutzt (Abb. 277). Die Abgautschrolle soll einen Durchmesser von 120 bis 130 mm, eine Länge von 240 bis 260 mm und ein Gewicht von 3 kg haben; sie besteht aus einem Rohr, das mit 3 Lagen eines weichen etwa 3 mm starken Filzes überzogen ist.

In besonderen Fällen, z. B. bei der Herstellung sehr dünner Blätter, die sich sehr schwer auf Karton abgautschen lassen, kann die Trocknung des nassen Blattes direkt auf dem Sieb erfolgen. In diesem Falle wird das Blattbildungssieb mit dem darauffliegenden Faserfilz in den Trockner eingesetzt, ein Deckblatt aufgelegt und dann getrocknet. Bei dieser von der Einheitsmethode abweichenden Art der Trocknung besteht allerdings die Gefahr, daß sich das Sieb leicht versetzt.

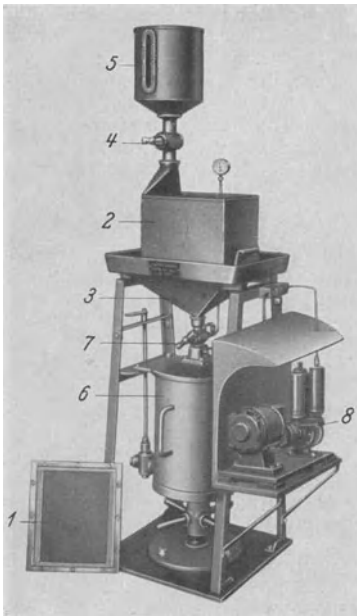


Abb. 278. Blattbildungsapparat „Jokro“.

Die *Pressung* erfolgt nun in der Weise, daß unterhalb der Auflage des Blattes ein Unterdruck erzeugt und dadurch auf das Papierblatt ein dem Unterdruck entsprechender Druck ausgeübt wird. Das über die Membran durch die Pumpe geleitete heiße Wasser bewirkt gleichzeitig die Trocknung des Papierblattes, dessen Restwasser infolge des herrschenden Unterdruckes besonders schnell verdampft.

*Kontrolle des Apparates.* Die Überprüfung des Blattbildners erstreckt sich auf Reinhaltung, Planlage und Erneuerung des Siebes, Abdichtung der Füll- und Saugkammer und Einstellung des Schnüffelventils; die des Trockners auf Lage des Siebstützrahmens, Einstellung des Trocknerdeckels, Dichtigkeit des Trockners, Anzeige des Quecksilbervakuummeters, Erneuerung der Gummimembran, der Luft- und Wasserförderung sowie Dichtheit der Hähne. Die Ausführung der Kontrolle ist in Merkbl. 108 ausführlich beschrieben.

#### Blattbildungsapparat „Jokro“<sup>1</sup>.

Die von JONAS und KROSS<sup>2</sup> entwickelte Anlage besteht aus einem Blattbildner und einer Abgautsch- und Trocknungsvorrichtung. Die Blattbildung (Abb. 278) erfolgt auf einem rechteckigen Sieb (1) (Blattgröße 200 × 250 mm), das zwischen dem Füllkasten (2) und dem Saugkasten (3) angeordnet ist. Der Füllkasten ist an der einen Breitseite in geringer Höhe über dem Sieb mit einem

<sup>1</sup> Lieferfirma P. J. Wolff u. Söhne, G. m. b. H., Düren.

<sup>2</sup> JONAS u. KROSS: Wbl. Papierfabr. 61 (1930) S. 1526.

waagerechten Schlitz versehen, der mit dem seitlich hochgestellten Gefäß (5) in Verbindung steht. Unter dem Saugkasten befindet sich ein Windkessel.

Die *Abgautsch-* und *Trocknungsanlage* (Abb. 279) besteht aus einer Vorrichtung zur Aufnahme des schräg gelegten Siebes (1), von dem das nasse Blatt durch Abrollen einer Walze (2) auf diese aufgegautscht wird. Die Walze wird elektrisch beheizt, wobei die Kontaktgebung durch ein besonderes Gerät (3) erfolgt.

*Arbeitsprinzip.* Nach Füllung des Saugkastens mit Wasser wird der Windkessel durch eine Luftpumpe (8) auf einen Unterdruck von 60 mm gebracht. Dann werden 2,2 Liter des Faserstoff-Wassergemisches in den Füllkasten gegeben und der Hahn (4) geöffnet, wobei aus dem Gefäß (5) 4,4 Liter Wasser durch den seitlichen Schlitz in die Faserstoffaufschwemmung einlaufen; hierdurch wird beim darauffolgenden Absaugen, das durch Öffnen des Hahnes (7) bewirkt wird, eine gleichmäßige Lagerung der Fasern auf dem Sieb erzielt. Das feuchte Blatt wird mit Hilfe der oben beschriebenen Vorrichtung auf die Walze abgegautscht und anschließend auf dieser getrocknet.

#### Blattbildungsapparatur der Firma Dr. O. Strecker, Darmstadt.

Die Anlage besteht ebenfalls aus einem Blattbildner und einer elektrisch beheizten Trocknungsanlage.

Der *Blattbildner* (Abb. 280) setzt sich aus einem Ober- und einem Unterkasten zusammen. Der erstere enthält eine Mischschale und eine Mischvorrichtung, der letztere das herausnehmbare Sieb und ein durch eine Bodenklappe verschlossenes Saugrohr. Als Sieb dient ein viereckiger Rahmen (Blattgröße 240 × 330 mm), der mit einem Untersieb (Gewebe Nr. 50) und einem Obersieb (Gewebe Nr. 80) bespannt ist.

Der *Trockner* (Abb. 281) wird von einer innen elektrisch beheizten rotierenden Metalltrommel gebildet, die mit einem Lauf Tuch aus Nickelgewebe bespannt ist. Der Antrieb erfolgt durch einen Elektromotor, die Temperatur ist beliebig einstellbar und durch eine Reguliervorrichtung auf gleicher Höhe haltbar.

*Arbeitsprinzip.* Die Faserstoffaufschwemmung wird erst in der Mischschale durchgerührt und anschließend in den Oberkasten geleert. Nach einer

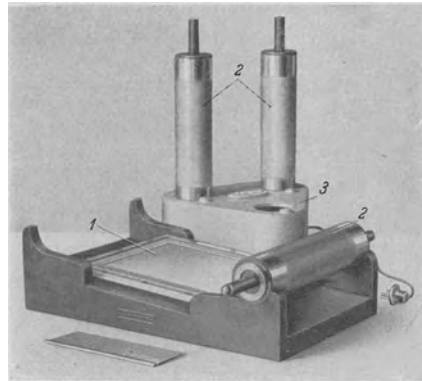


Abb. 279. Abgautsch- und Trocknungsapparat „Jokro“.



Abb. 280. Blattbildner der Firma Dr. Otto Strecker, Darmstadt.



einstellbaren Anzahl von Sekunden öffnet sich die Bodenklappe selbsttätig und das Verdünnungswasser läuft durch das Sieb ab. Das nasse Blatt wird mit Hilfe von Wollfilzen und einer Porzellanrolle auf Elfenbeinkarton gegautscht und auf dem Trockenzylinder getrocknet.

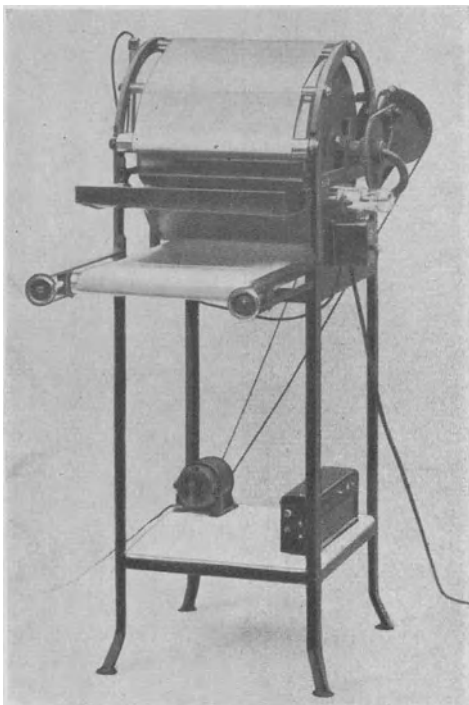


Abb. 281. Trockner der Firma Dr. Otto Strecker, Darmstadt.

## **B. Arbeitsvorschrift der deutschen Einheitsmethode für die Festigkeitsprüfung von Zellstoffen** (aus Merkblatt 103 bis 113).

### **1. Lagerung der Proben.**

Die Zellstoffproben (100 bis 300 g) sind luftdicht verpackt, gegen Licht geschützt bei einer Temperatur in den Grenzen von 10 bis 25° zu lagern. Bei längerer Lagerung ist zur Vermeidung des Angriffes durch Bakterien Formaldehyd zuzugeben.

Wäßrige Zellstoffsuspensionen werden mit etwas Formalin versetzt, feuchte Zellstoffflocken oder -pappen werden in Gegenwart eines mit Formalin getränkten Wattebausches gelagert oder, soweit es sich um dicht aufeinandergelegte feuchte Zellstoffpappen (bis 88% abs. tr.) handelt, mit einem solchen Wattebausch bestrichen. Getrocknete Zellstoffe (über 88% abs. tr.) können luftdicht abgeschlossen ohne Zugabe von Formaldehyd gelagert werden.

### **2. Vorbereitung der Proben.**

*a) Überführung in eine geeignete Zustandsform.* Trockene Pappen bzw. Flocken (Trockengehalt über 88% abs. tr.) werden mehrere Stunden bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit und 20° klimatisiert und dann in Stücke von etwa 3×5 cm zerrissen und gemischt.

*Feuchte Pappen bzw. Flocken* (Trockengehalt unter 88% abs. tr.) werden nicht klimatisiert, sondern nach dem Zerreißen zum Ausgleich des Trockengehalts in ein luftdicht schließendes Gefäß gebracht und mehrere Stunden gelagert.

*Wäßrige Aufschwemmungen* werden durch Abnutschen auf einem feinen Sieb oder Filter und gegebenenfalls schwache Nachpressung ohne Faserverlust in eine feuchte Zellstoffpappe überführt.

*b) Trockengehaltsbestimmung.* Es werden etwa 5 g (abs. tr. ged.) Zellstoff im Wägegglas zwischen 100 bis 105° C im Trockenschrank 4 h, bei feuchtem Zellstoff mindestens 6 h getrocknet (Merkbl. 4 des U.-A. für Faserstoffanalysen). In Abweichung von dieser Vorschrift kann diese Trocknung auch über Nacht ausgedehnt werden.

*c) Einwaage für die Zerfaserung.* („0-Punkt“ der Festigkeitskurve). 24 g (abs. tr. gedacht) des nach a) vorbereiteten Stoffes werden mit einer Wägenauigkeit von ± 0,1 g (abs. tr. ged. Faser) abgewogen und durch Verdünnen mit Leitungswasser von 15 bis 20° C auf ein Stoffwasservolumen von 2000 cm<sup>3</sup>

eingestellt. Die geforderte Stoffdichte von 1,2% ist dadurch mit praktisch genügender Genauigkeit erreicht.

d) *Einwaage für die Mahlung in der Jokromühle.* Für die Mahlung werden von dem nach a) vorbereiteten Zellstoff je Mahlpunkt 16 g (abs. tr. ged.) mit einer Wägegenauigkeit von  $\pm 0,1$  g (abs. tr. ged. Faser) abgewogen und durch Zugabe von destilliertem Wasser von 15 bis 20° C auf ein Stoffwassergewicht von 267 g ( $\pm 1$  g) (wägen!), also auf eine Stoffdichte von 6% eingestellt. Es sind also so viel Kubikzentimeter destilliertes Wasser zur Einwaage hinzuzugeben, als die Differenz zwischen 267 und der Einwaage ausmacht. Bei lufttrocknen Zellstoffen (über 88% Trockengehalt) werden 250 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser zugegeben.

e) *Quellung.* Die Quelldauer, das ist die Zeit vom Zugießen des Wassers zum Zellstoff bis zum Beginn der Zerfaserung im Aufschlaggerät bzw. der Mahlung in der Jokromühle, soll 2 h betragen bei einer Wassertemperatur von 15 bis 20° C. Bei Zellstoffen mit einem Trockengehalt unter 45% kann die Quelldauer auch kürzer gehalten werden oder die Einhaltung einer solchen ganz entfallen.

f) *Zerkleinerung der Probe.* Während der Quellung ist die Probe durch Zerzupfen mit der Hand in Stücke von etwa 1 cm<sup>2</sup> weiter zu zerkleinern.

### 3. Zerfaserung der Probe für die Festigkeitsprüfung im ungemahlten Zustand.

Das Zellstoff-Wassergemisch der nach 2c, e und f vorbereiteten Probe wird in den Behälter des vorgeschriebenen Aufschlaggerätes (s. S. 309) gebracht und genau 25 min bei einer Umdrehungszahl des Propellers von 3000/min und einer Temperatur des Behälterinhaltes von 15 bis 20° zerfasert. Die Drehzahl des Propellers ist zu kontrollieren und möglichst genau einzuhalten. Nach beendeter Zerfaserung wird der Aufschlagbehälter abgenommen, am Propeller hängende Stoffreste werden mit Leitungswasser abgespült und die Zellstoffaufschwemmung wird ohne Verlust in ein größeres Gefäß übergeführt (Weiterverarbeitung der Probe s. unter 5).

### 4. Mahlung des Stoffes in der Jokromühle (s. S. 311).

Für die Aufstellung von Festigkeitskurven eines Zellstoffes sollen wenigstens vier Mahlpunkte gewählt werden, von denen der erste zwischen 20 und 30° SR liegt, der letzte 80° SR erreicht bzw. überschreitet. Die übrigen Mahlpunkte sollen möglichst gleichmäßig verteilt dazwischen liegen.

Das nach 2 vorbereitete Zellstoff-Wassergemisch mit einer Temperatur von 15 bis 20° C wird ohne Verlust in die Mahlbüchse eingetragen, die mit dem Mahlkörper und Deckel ebenfalls eine Temperatur von 15 bis 20° C haben soll. Dabei ist zu beachten, daß sich der Mahlkörper mit der Lauffläche nach unten in der Mitte der Mahlbüchse befindet, und daß das Mahlgut ringsherum eingelegt und gleichmäßig verteilt wird. Auf keinen Fall dürfen Zellstoffpappen bzw. -flocken vor Beginn der Mahlung unter den Mahlkörper zu liegen kommen, was mit hinreichender Sicherheit erreicht wird, wenn der Mahlkörper immer *vor* der Zugabe des Stoffes in die Mahlbüchse eingesetzt und seine Lage bis zum Beginn der Mahlung nicht mehr verändert wird. Nach erfolgtem Eintrag wird der Mahlbüchsendeckel aufgesetzt, wobei auf einen richtigen Sitz des Gummidichtungsringes geachtet werden muß, da während der Mahlung kein Wasser aus der Mahlbüchse austreten darf.

Die geschlossene Mahlbüchse wird nun vorsichtig, ohne daß der Mahlkörper verschoben wird, in einen Führungstopf der Drehscheibe eingesetzt und mit dem Spannbügel sicher befestigt. Die Mahlbüchsen müssen zwecks richtiger

Auswuchtung der Drehscheibe auf die Führungstöpfe symmetrisch verteilt sein. Bei Verwendung von 1 bzw. 5 Mahleinheiten, wo eine Symmetrie nicht erreicht werden kann, wird eine Ausgleichsbüchse oder ein Ausgleichsgewicht eingesetzt.

Nach Ablauf der Quellzeit wird die Jokromühle in Betrieb genommen und die Mahlung bei einer Drehzahl der Königswelle von 150/min durchgeführt. Beim Anfahren der Mühle ist, durch die Mahlkörper verursacht, ein schlagendes Geräusch zu hören, das sich aber nach wenigen Umläufen verliert, wenn das Mahlgut richtig eingelegt wurde. Die Zeitdauer der Mahlung zur Erreichung der für die Festigkeitskurve erwünschten vier Mahlungszustände hängt von der Widerstandsfähigkeit des Zellstoffes ab. Als ungefährer Anhaltspunkt kann gelten: für ungebleichten Sulfit-Fichtenzellstoff 20, 40, 60 und 80 min; für ungebleichten Sulfat-Kiefernzellstoff 40, 80, 120 und 150 min. Die gebleichten Zellstoffe erfordern vielfach kürzere Mahlzeiten als die ungebleichten. Für Zellstoffe aus Laubhölzern oder Stroh ist die Mahldauer meist noch wesentlich kürzer als bei Sulfit-Fichtenzellstoff, und es ist bei diesen Stoffen oft nicht möglich, auf einen Mahlgrad von 80° SR zu kommen. In diesem Fall muß der letzte Mahlpunkt entsprechend tiefer angesetzt werden. Fällt eine Mahlung nicht in die für die Festigkeitskurve vorgesehene Mahlgradgrenze, so ist eine Ersatzmahlung mit entsprechend geänderter Mahldauer vorzunehmen.

Die Drehzahl von 150/min muß während der Mahlung genau eingehalten werden. Sie wird, insbesondere bei Stromschwankungen, in kurzen Zeitabständen mit Hilfe des angebauten Umdrehungszählers und einer Stoppuhr kontrolliert, die eine Ablesegenauigkeit von wenigstens  $\frac{1}{5}$  s hat. Zweckmäßig werden 30 Umdrehungen abgestoppt, die in genau 12 s erreicht werden sollen. Die richtige Drehzahl wird eingestellt entweder mit dem stufenlos regelbaren Getriebe, mit dem die Jokromühle vielfach versehen ist, oder aber durch direkte Regelung des Antriebsmotors mit einem Schiebewiderstand.

Die Mahldauer soll mit einer Genauigkeit von  $\pm 5$  s eingehalten werden. Ist für eine bestimmte Mahleinheit die Mahldauer erreicht, so wird das Mahlgerät stillgesetzt und die Mahlbüchse von der Drehscheibe entfernt. Für die entnommene Mahleinheit werden die Gesamtumläufe der Königswelle am Umdrehungszähler abgelesen und im Protokoll vermerkt. Zweckmäßig wird nach genau 1 min mit den übrigen Mahleinheiten weitergefahren, wobei jedoch vorher die Mahlbüchsen auf ihre symmetrische Anordnung hin überprüft werden.

Der Inhalt der entnommenen Mahlbüchse wird nun verlustlos mit reinem, gegebenenfalls gefiltertem Leitungswasser in ein 2-Liter-Gefäß mit Marke übergeführt und bis zur Marke mit Wasser verdünnt.

### 5. Egalisierung des gemahlten Stoffes.

Das Stoff-Wassergemisch von 2000 cm<sup>3</sup> wird in den Behälter des Aufschlaggerätes (s. S. 309) eingetragen und genau 2 min lang bei einer Umdrehungszahl des Propellers von 3000/min behandelt. Nach beendeter Zerfaserung wird die Zellstoffaufschwemmung ohne Verlust in eine etwa 15 Liter fassende Glasflasche oder in den Mischbehälter des Verteilergerätes übergeführt.

### 6. Mengenverteilung.

Die nach 4 gemahlene und nach 5 egalisierte Probe wird mit reinem, gegebenenfalls gefiltertem Leitungswasser auf genau 6670 cm<sup>3</sup> verdünnt und in den vorher ausgespülten Mischbehälter des Verteilergerätes (s. S. 313) übergeführt. Die Verdünnung kann auch direkt im Mischbehälter vorgenommen werden, indem man bis zu einer geeichten Strichmarke, die man nach Aufstellung des Gerätes anbringt, mit Wasser verdünnt. Alsdann wird der Rührer in Betrieb genommen

und die Mischung bis zum Beginn der Abfüllung mindestens 2 min und möglichst nicht länger als 10 min durchgeführt. Die Verteilung der Stoffsuspension erfolgt durch Abfüllung in sieben reine 1-Liter-Mensuren (zweckmäßig Mahlgrad SR-Meßgläser)<sup>1</sup>, und zwar auf  $5 \times 1000 \text{ cm}^3$  für fünf Blätter zu je 2,4 g (abs. tr. ged.) Faser und  $2 \times 835 \text{ cm}^3$  für zwei Mahlgradbestimmungen SR zu je 2 g (abs. tr. ged.) Faser. Die Abfüllung geschieht in folgender Weise: Zunächst werden je Meßglas etwa 800 bis  $850 \text{ cm}^3$  abgelassen. Der im Mischbehälter befindliche Rest wird in ein etwa 1,5 Liter fassendes kräftiges Glasgefäß mit Ausguß (Restgefäß)<sup>1</sup> entleert, aus diesem den Meßgläsern zugeteilt und diese bis zur gewünschten Marke aufgefüllt. Dabei ist zu beachten, daß der Stoff in dem Restgefäß vor jeder Zugabe in gleichmäßige Verteilung gebracht wird, was durch 1 bis zweimaliges Auf- und Abbewegen eines Holzquirls erreicht werden kann. Es ist zweckmäßig, zunächst die beiden Mahlgradproben auf  $835 \text{ cm}^3$  einzustellen und dann den Rest auf die übrigen Proben gleichmäßig zu verteilen. Dabei darf die  $1000 \text{ cm}^3$ -Marke um  $10 \text{ cm}^3$  unterschritten werden. Ist der Rest größer als vorgesehen, so wird er verhältnismäßig auf alle Meßgläser verteilt.

Bei der Abfüllung aus dem Mischbehälter ist besonders zu beachten, daß der Hahn sehr schnell geöffnet bzw. geschlossen wird, da sonst eine Entmischung der Stoffsuspension eintritt.

Grundsätzlich in derselben Weise erfolgt die Mengenverteilung der nach 3 zerfaserten ungemahlten Zellstoffprobe, die 24 g (abs. tr. ged.) Faser in einem Stoff-Wasservolumen von  $2000 \text{ cm}^3$  enthält. Die Verdünnung erfolgt auf  $10000 \text{ cm}^3$  und die Abfüllung auf  $2 \times 835 \text{ cm}^3$  für zwei Mahlgradbestimmungen zu je 2 g (abs. tr. ged.) Faser und auf  $5 \times 1000 \text{ cm}^3$  für fünf Blätter zu je 2,4 g (abs. tr. ged.) Faser bzw. auf  $8 \times 1000 \text{ cm}^3$  für acht Blätter im Bedarfsfalle. Der Rest von  $3330 \text{ cm}^3$  bzw.  $330 \text{ cm}^3$  wird verworfen.

Ist kein Verteilergerät vorhanden, dann erfolgt die Mengenverteilung so, daß die in gleicher Weise verdünnte Zellstoffsuspension in einer etwa 15 Liter fassenden Flasche (innerer Durchmesser des Halses wenigstens 20, höchstens 40 mm) mit der Hand durch Schütteln gut gemischt und nach folgender Vorschrift in die Meßgläser abgefüllt wird. Die Flasche wird in der Richtung ihrer Achse etwa  $\frac{1}{2}$  min lang kräftig geschüttelt. Dann erfolgt die Abfüllung in die sieben nebeneinander aufgestellten Messuren so, daß zunächst jedes Glas nur zu einem Drittel gefüllt wird, worauf das zweite Drittel und zuletzt der Rest zugegeben wird. Bei der Zuteilung wird zwischen je zwei Gläsern der Stoff in der Flasche gut durchgeschüttelt. Für die genaue Einstellung auf die Marke wird der übrigbleibende Stoff in das Restgefäß entleert, aus dem nun die Aufteilung nach jedesmaliger Durchmischung erfolgt.

Die Stoffgefäße werden nach jeder Abfüllung und Entleerung durch Auswaschen mit Wasser von anhaftenden Fasern befreit.

### 7. Mahlgradbestimmung.

*Gerät:* Mahlgradprüfer SCHOPPER-RIEGLER (s. S. 314).

Das nach 6 für die Mahlgradprüfung abgeteilte Stoff-Wasservolumen von  $835 \text{ cm}^3$ , enthaltend 2,0 g (abs. tr. ged.) Faser, wird im Mahlgrad-Meßglas auf ein Volumen von  $1000 \text{ cm}^3$  und gleichzeitig unter Zugabe von heißem Wasser auf eine Temperatur von  $20^\circ (\pm 0,5^\circ \text{C})$  eingestellt.

Die Einstellung geschieht auf den unteren Meniskus des Wasserspiegels gegen eine direkt hinter das Glas anliegend gehaltene weiße Fläche, während das Meßglas auf einer horizontalen Ebene, am besten auf der Abstellfläche des Mahlgradprüfers sich befindet. Sofern die Ablesung durch ungenügendes

<sup>1</sup> Lieferfirma: Louis Schopper, Leipzig.

Benetzen der Glaswand erschwert ist, wird die innere Wandung des Meßglases mit Glasstab oder Finger abgestrichen.

Der Mahlgradprüfer soll ebenfalls eine Temperatur von etwa 20° C besitzen. Vor Beginn der Prüfung überzeugt man sich jedesmal, daß das Siebtuch der Füllkammer frei von Fasern ist. Das Stoff-Wassergemisch wird durch mehrmaliges Umgießen mit einem zweiten Meßglas in gleichmäßige Verteilung gebracht. Nach dem Schließen des Dichtungskegels wird mit einem Finger das an dem oberen Ende des Dichtungskegels angeordnete Belüftungsloch abgedeckt — damit nicht Teile der Fasersuspension vorzeitig auf das Sieb gelangen können — und die Stoffsuspension in die Füllkammer eingegossen. Das zur Abmessung der Stoffsuspension verwendete Meßglas soll auch zur Messung des Mahlgrades verwendet werden, weshalb das Meßglas nach dem Eingießen und vollständigen Entleeren unter das seitliche Ausflußrohr gestellt wird. 5 s nach dem Eingießen wird die Klinke zum Abheben des Dichtungskegels ausgelöst. Nachdem durch das seitliche Ausflußrohr kein Wasser mehr ausfließt, wird der ermittelte Mahlgrad am unteren Meniskus des Wasserspiegels mit direkt hinter das Glas gehaltener weißer Fläche (Papier, Karton) abgelesen. Die Ablesung erfolgt auf 0,5° SR mit Abrundung nach oben.

Das Beseitigen des Stoffkuchens vom Siebtuch geschieht zweckmäßig mit einem Wasserstrahl von der Rückseite.

### 8. Blattherstellung.

*Gerät:* Blattbildungs- und Trocknungsanlage „Rapid-Köthen“ (s. S. 319).

Für die Blattherstellung werden die nach 6 abgeteilten 5 Stoffproben verwendet, die je 2,4 g Faser (abs. tr. ged.) in 1000 cm<sup>3</sup> Stoff-Wasservolumen enthalten.

**a) Blattbildung** (vgl. Abb. 274 und 275). Das Blattbildungssieb, dessen Siebtuch eben gespannt ist, wird in den Blattbildner eingesetzt, die Füllkammer geschlossen und mit den Klammern angepreßt. Nachdem der Wasserablaßhahn 17 geschlossen und der Umschalthahn 45 nach *B* geschaltet ist, wird der Hauptschalthahn 16 in Stellung *II* und der Füllkammerhahn 8 in Stellung *I* gebracht, wodurch das Wasser aus dem Wasserbehälter 5 über den Hauptschalthahn von der Sihi-Pumpe angesaugt und in die Füllkammer gedrückt wird, in die es radial einströmt und einen Wasserstrahlenwirbel bildet. Sobald die 4-Liter-Marke erreicht ist, wird die Probe in die Mitte des Wirbels eingegossen. Nach Erreichen der 7-Liter-Marke wird der Hauptschalthahn mit einer weiteren Einvierteldrehung in Stellung *III* gebracht, wodurch am Hauptschalthahn Luft in die Saugleitung der Sihi-Pumpe eintritt und in die in der Füllkammer befindliche Stoffsuspension gedrückt wird. Sobald die Luftquirlung einsetzt, wird mit der Sekundenzählung bei „1“ begonnen. Bei „5“ wird der Füllkammerhahn in Stellung *II* gebracht und die Luft dadurch in den Abfluß geleitet. Bei „8“ erfolgt eine weitere Einvierteldrehung des Hauptschalthahnes nach Stellung *IV*, wodurch die in der Saugkammer befindliche Luft über das Saugrohr 14 abgesaugt und die Entwässerung der Stoffsuspension eingeleitet wird. Bei „9“ wird der Gummistopfen 11 gezogen, um damit, besonders bei röschen Stoffen, zu Beginn eine schnellere Entwässerung und dadurch gleichmäßigere Faserablagerung zu erreichen. Bei „10“ wird der Gummistopfen wieder eingesetzt. Von dem Augenblick an, wo das Suspensionswasser durch den Faserfilz hindurchgetreten ist, läßt man noch genau 10 s lang Luft saugen und bringt dann den Hauptschalthahn in Stellung *I*, in welcher der in der Saugkammer gebildete Unterdruck durch Verbindung mit der Atmosphäre sofort zurückgeht. Dann wird die Füllkammer geöffnet und der nasse Faserfilz von vorne her am Rand mit dem Finger etwas eingeschoben. Nach dieser Markierung richtet

man sich beim Einlegen des Blattes in den Trockner, beim Beschriften nach der Trocknung und beim Schneiden der Prüfstreifen. Der Umschalhahn 45 wird wieder in Stellung *T* gebracht, in welcher die Sihi-Pumpe die Vakuumerhaltung der Trocknungsanlage übernimmt.

**b) Abgautschen.** Der genormte Trägerkarton (vgl. S. 323) von 200 g/m<sup>2</sup> und 240 mm Dmr. wird mit der glatten Seite genau zentrisch auf den nassen Faserfilz gelegt, die Gautschrolle läßt man mit ihrem eigenen Gewicht von der Seite her zweimal hin und her rollen, hebt das Blattbildungssieb von dem Stützrahmen ab und setzt es umgekehrt, so daß das nasse Papierblatt mit dem darauf gegautschten Karton sich unten befindet, in die Abblasevorrichtung (vgl. S. 324) ein. Der Blasetrichter wird auf das Blattbildungssieb dicht abschließend aufgesetzt. Dann wird mit dem Mund ein kräftiger Luftstoß auf das Sieb ausgeübt, wodurch sich der Karton mit dem nassen Faserfilz von dem Siebtuch einwandfrei abhebt. Der Blasetrichter wird abgestellt und das Blattbildungssieb durch seitliches Kippen abgehoben und wieder in den Blattbildner eingesetzt.

**c) Trocknung.** Der Trocknerdeckel wird geöffnet und anschließend der Karton, auf dem das nasse Blatt ruht, spätestens 1 min nach dem Abgautschen in den Trockner eingesetzt, Markierung nach vorn, wobei auf eine genau zentrische Lage zum Trockner-Siebstützrahmen geachtet werden muß. Sofort anschließend wird das genormte Deckblatt (60 bis 70 g/m<sup>2</sup>, 205 mm Dmr., vgl. S. 324) auf den nassen Faserfilz gelegt, der Trocknerdeckel geschlossen, mit Hand angepreßt (ohne Klammern) und der Trocknerschalhahn 46 in Stellung *II* gebracht, wodurch der Trockner von der Sihi-Pumpe direkt evakuiert wird. Nach Erreichen eines Unterdruckes von etwa 700 mm QS kommt der Hahn in Stellung *III*, in welcher der Vakuumspeicher noch dazugeschaltet wird, und der Unterdruck sich bei richtiger Einstellung auf 40 mm abs. Druck einstellt. Mit Erreichen eines Unterdruckes von etwa 700 mm QS wird zweckmäßig ein Kurzzeitmesser in Gang gesetzt. Während des nun ablaufenden Trocknungsvorganges wird das nächste Blatt gebildet, indem der Umschalhahn 45 in Stellung *B* gebracht und nach den weiter oben für die Blattbildung beschriebenen Bedingungen gearbeitet wird. Nach 4½ min wird der Trocknerschalhahn 46 über Stellung *IV* nach *I* gebracht und der Trockner nach Ziehen des Belüftungsstiftes belüftet.

Der Trocknerdeckel wird abgehoben, das nunmehr trockne Blatt wird vom Trägerkarton und Deckblatt abgezogen und an der Markierung zweckmäßig mit einem Prüfzeichen versehen. Anschließend wird das während der Trocknung gebildete neue Blatt in den Trockner eingelegt und es wird wieder wie vorstehend beschrieben verfahren.

Während des Trocknungsvorganges müssen nebenher einige Kontrollen angestellt werden:

Das einzuhaltende Vakuum von 40 mm QS abs. Druck wird am Quecksilbervakuummeter abgelesen, das einwandfrei in Ordnung sein muß. Die genaue Einstellung und gelegentliche Nachstellung des Vakuums erfolgt mit dem Regulierventil 44 am Saugteil der Sihi-Pumpe, zweckmäßig in Stellung *II* des Trockenschalthahnes.

Während des Trocknungsvorganges darf das Vakuum nicht mehr als um 10 mm QS abfallen.

### 9. Klimatisierung der Prüfblätter.

Die nach 8 hergestellten Blätter werden freihängend wenigstens 12 h und nicht mehr als 48 h einer Luftfeuchtigkeit von 65 % und einer Temperatur von 20° ausgesetzt. (Regelung der Luftfeuchtigkeit und der Temperatur im Prüfraum und in den Klimaschränken s. S. 116 f.)

### 10. Aufteilen und Schneiden der Prüfblätter.

Von den 5 hergestellten Blättern sind 4 für die Prüfung vorgesehen, während das 5. Blatt als Belegmuster zurückgelegt wird.

Die 4 Prüfblätter werden zunächst nach 11 auf Gewicht und Dicke geprüft und dann nach dem Schema Abb. 282 aufgeteilt.

Mit dem Schneiden der Streifen wird auf der entgegengesetzten Seite der Blattmarkierung begonnen, und zwar wird jedes Blatt einzeln geschnitten, um einwandfreie Schnittkanten zu erzielen.

Von den 65 mm breiten Streifen werden gemeinsam 2 Streifen nach a und zwei nach b entsprechend dem Aufteilungsschema in die D- und B-Abschnitte geteilt.

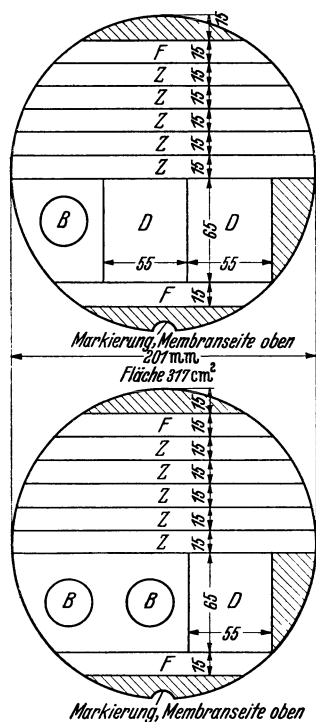


Abb. 282. Schema für die Aufteilung der Prüfblätter.

### 11. Prüfung der Blätter.

**a) Quadratmetergewicht.** Die nach 9 klimatisierten Prüfblätter werden auf einer Quadrantenwaage, deren Meßbereich 0 bis 4 g bzw. 0 bis 6 g beträgt, mit einer Genauigkeit von 0,01 g gewogen. Da die Blätter eine Fläche von 0,0317 m<sup>2</sup> besitzen, errechnet sich das Quadratmetergewicht nach der Formel:

Quadratmeter-

$$\text{gewicht} = \frac{\text{Gewicht der Blätter in g}}{0,0317 \text{ m}^2} \quad [\text{g/m}^2].$$

Die Einzelwerte und der Mittelwert von 4 Blättern sind auf 0,1 g/m<sup>2</sup> abzurunden.

**b) Dicke.** Prüfung erfolgt nach DIN DVM 3411 (s. S. 126) mit der Abweichung, daß die Dicke nicht am Einzelblatt, sondern an den 4 zusammengelegten Blättern (Membranseite nach oben) gemessen wird. Der Mittelwert von 10 Messungen ist durch die Anzahl der Blätter zu dividieren und auf 0,001 mm abzurunden.

**c) Raumgewicht.** Das Raumgewicht ist nach der Formel

$$\text{Raumgewicht} = \frac{\text{m}^2\text{-Gewicht in g}}{\text{Dicke in mm} \cdot 1000} \quad [\text{kg/dm}^3]$$

zu berechnen und auf 0,001 kg/dm<sup>3</sup> abzurunden.

**d) Trockengehalt.** Die bei der Zugfestigkeitsprüfung zwischen den Klemmen abgeschnittenen

und gewogenen Streifen von 4 Blättern werden zusammen im Wägegglas mindestens 4 h zwischen 100 bis 105° C im Trockenschrank getrocknet. Die Trocknung kann auch die Nacht hindurch, also etwa 12 bis 14 h erfolgen. Der Trockengehalt wird in Prozenten des Gewichtes der klimatisierten Streifen auf 0,1% abgerundet, angegeben.

**e) Zugfestigkeit.** Prüfung nach DIN DVM 3412 (s. S. 139) mit der Abweichung, daß die Einspannlänge 100 mm beträgt und als Versuchsgeschwindigkeit eine Belastungssteigerung von 0,5 kg/s einzuhalten ist. Die Bruchlast ist möglichst auf 0,01 kg genau abzulesen. Nach dem Bruch werden die Streifen abgeschnitten und von jedem Blatt gemeinsam auf 0,001 g genau gewogen. Die Berechnung der Reißlänge erfolgt dann nach der Formel:

$$\text{Reißlänge} = \frac{100 \times \text{Summe der Bruchlastwerte in kg}}{\text{Gewicht der Streifen in g}} \quad [\text{m}].$$

Das Ergebnis wird auf volle 10 m abgerundet. Aus den Ergebnissen der einzelnen Blätter wird der Mittelwert gebildet und ebenfalls auf 10 m abgerundet.

**f) Berstfestigkeit.** Die Prüfung erfolgt nach DIN DVM 3412 (s. S. 152) mit der Abweichung, daß als Versuchsgeschwindigkeit eine Drucksteigerung von  $\frac{1}{3}$  kg/s einzuhalten ist. Es werden 6 Einzelversuche (Membranseite nach oben) bei einer Einspannfläche von  $10\text{ cm}^2$  ausgeführt. Die Ergebnisse sind auf  $0,01\text{ kg/cm}^2$  genau abzulesen. Von den 6 ermittelten Berstdruckwerten wird das Mittel gebildet. Die Berstfestigkeit (Berstfläche, vgl. S. 142) wird errechnet nach der Formel:

$$\text{Berstfestigkeit} = \frac{\text{Mittlerer Berstdruck in kg/cm}^2 \text{ (2 Dezim.)} \cdot 1000}{\text{m}^2\text{-Gewicht in g}} \quad [\text{m}^2].$$

Das Ergebnis wird auf  $0,1\text{ m}^2$  abgerundet.

**g) Falz widerstand.** Prüfung nach DIN DVM 3412 (s. S. 164). Normalerweise werden von den 4 Blättern je 2 Streifen geprüft; bei Falzzahlen über 2000 ist es angängig, je Blatt nur einen Streifen zu prüfen. Von den 8 bzw. 4 Einzelwerten ist das Mittel zu bilden.

**h) Durchreißfestigkeit.** Die Prüfung erfolgt mit dem ELMENDORF-Apparat der Firma F. R. Poller, Leipzig (s. S. 170). Zu verwenden sind gemäß dem Aufteilungsschema 6 Prüfstücke in der Größe von  $65 \times 55\text{ mm}$ , die gemeinsam zu prüfen und mit der Membranseite nach vorn in die Klemmen so einzuspannen sind, daß die  $65\text{ mm}$  lange Kante senkrecht steht. Die Abschnitte erhalten dann einen Einschnitt von solcher Größe, daß die restliche Strecke des untersten Prüfblattes  $48\text{ mm}$  beträgt. Der Prüfwert ist an der Skala auf  $0,5$  genau abzulesen. Die Durchreißfestigkeit errechnet sich dann nach der Formel:

$$\text{Durchreißfestigkeit} = \frac{\text{Skalenwert für 6 Blatt} \cdot 16 \cdot 100}{6 \cdot \text{m}^2\text{-Gewicht}} \quad [\text{g}]$$

und ist auf  $0,1\text{ g}$  abzurunden.

## 12. Darstellung und Beurteilung der Ergebnisse.

Die Ergebnisse der Festigkeitsprüfung werden zahlenmäßig und in einem Schaubild (Abb. 261) wiedergegeben. Für besondere Zwecke können die Ergebnisse auch als Funktion des Mahlgrades dargestellt werden. Diese Kurven geben am besten eine Vergleichsmöglichkeit der Festigkeitseigenschaften verschiedener Zellstoffe.

Außerdem wird empfohlen, die *Festigkeitswerte bei 50° SR* gesondert herauszustellen. Die Werte werden aus dem Schaubild abgelesen bzw. aus den beiden angrenzenden experimentell ermittelten Werten durch Interpolation errechnet. Schließlich ist auch der *Mahlwiderstand* ein wichtiges Kriterium für die Beurteilung eines Zellstoffes; er wird ausgedrückt durch die Zeit (Minuten), die erforderlich ist, um bei der Mahlung auf den Mahlgrad  $50^\circ\text{ SR}$  zu kommen.

### C. Standardmethoden anderer Länder.

Außer in Deutschland sind auch in den nordischen Ländern, sowie in England und den Vereinigten Staaten Einheitsmethoden für die Zellstoff-Festigkeitsbestimmung aufgestellt worden. Außerdem besteht ein Vorschlag für eine nordische Einheitsmethode, ausgearbeitet von dem Arbeitsausschuß des Inter-skandinavischen Komitees für Zusammenarbeit bei der Standardisierung von Prüfmethode und Apparaten in der Papier- und Zellstoffindustrie<sup>1</sup>. Eine Gegenüberstellung der Arbeitsbedingungen der ausländischen Methoden im Vergleich mit der deutschen ist in der umstehenden Übersicht enthalten<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Mitgeteilt in Svensk Pappers Tidning **22** (1942) S. 476.

<sup>2</sup> Nach JAYME: Die Entwicklung der Festigkeitsprüfung von Zellstoff. Papierfabrikant **35** (1937) S. 193 und R. SIEBER: Chemisch-Technische Untersuchungsmethoden der Zellstoff- und Papierindustrie, S. 419, Berlin 1943 sowie nach Svensk Pappers tidning **22** (1942) S. 476.



*Nordische Einheitsmethode.* Der Stoff wird vor der Mahlung im englischen Aufschlaggerät zerfasert, in der LAMPÉN-Mühle (10 kg-Kugel) gemahlen und anschließend im Aufschlaggerät egalisiert. Für die Blattbildung sind die in den drei nordischen Ländern entwickelten Standardapparate zugelassen, wobei jedoch eine einheitliche Stoffkonzentration und Siebnummer vorgeschrieben ist. Das Abgautschen geschieht durch Auflegen von zwei Löschpapieren und einer Preßplatte; der Druck soll hierbei  $0,03 \text{ kg/cm}^2$ , berechnet auf die Blattfläche, betragen. Nach 5 s wird die Preßplatte fortgenommen, worauf die Löschpapiere mit dem anhaftenden Blatt vom Sieb abgezogen werden. Zum Pressen, das in zwei Arbeitsgängen vorgenommen wird, werden zunächst 2 trockene Löschpapiere auf eine Preßplatte gelegt, darauf wird das Löschpapier mit dem feuchten Blatt gebracht (das Blatt nach oben) und dieses mit einem Glanzblech abgedeckt.

## Vergleich der Standardverfahren

	Deutschland	Schweden	Norwegen
1. <i>Einweichen:</i> Dauer (h) . . . . .	2	—	—
2. <i>Zerfasern:</i> Gerät . . . . . Stoffdichte (% abs. tr.) . . . . . U/min . . . . . Dauer (min) . . . . .  Entwässerung . . . . .	Nur für o-Punkt Engl. Zerfaserer 1,2 3000 25  —	WENNBERG 0,3 1390 15 für Sulfat 20 für Sulfat  Sieb Nr. 80 engl.	Engl. Zerfaserer 1,2 2800 5  BÜCHNER-Trichter
3. <i>Mahlung:</i> Gerät . . . . .  Stoffdichte (% abs. tr.) . . . . . Mahlgrad . . . . .	Jokro-Mühle  6 Ungemahlen (Nullpunkt) u. mindestens 4 Mahlstufen	LAMPÉN-Mühle  3 45° SR bzw. Mahlkurve	LAMPÉN-Mühle  3 45° SR bzw. Mahlkurve
4. <i>Aufschlagen nach der Mahlung:</i> Gerät . . . . . Stoffdichte (% abs. tr.) . . . . . Dauer (min) . . . . .	Engl. Zerfaserer 0,8 2	— — —	Engl. Zerfaserer 0,2 2
5. <i>Blattbildung:</i> Apparat . . . . .  Blattgröße (cm) . . . . . Blattgewicht ( $\text{g/cm}^2$ ) . . . . . Sieb Nr. . . . . . Stützsieb Nr. . . . . . Stoffdichte (% abs. tr.) . . . . .	Rapid-Köthen  20,5 Dmr. 75 160 20 0,034	WENNBERG  21,6 Dmr. 90 80 — 0,025	Oslo  12 × 25 66,7 150 — 0,019
6. <i>Pressung:</i> Druck und Dauer . . . . .	etwa $1 \text{ kg/cm}^2$	$1 \text{ kg/cm}^2$ $\frac{1}{2}$ min $15 \text{ kg/cm}^2$ 1 min	$2,5 \text{ kg/cm}^2$ 3 min $7 \text{ kg/cm}^2$ 3 min
7. <i>Trocknung:</i> Art . . . . .  Temperatur . . . . .	Im Vakuum  95°	Platte Zylinder 60°	Platte Zylinder 50°

Das Glanzblech bildet die Preßplatte für die nächste Lage. Der ganze Stapel schließt wieder mit einer Preßplatte ab. Hierauf erfolgt die erste Pressung mit 1 kg/cm<sup>2</sup> auf die Dauer von 1 min. Für die zweite Pressung werden alle Löschpapiere aus dem Stapel entfernt, die feuchten Probeblätter haften nun auf dem Glanzblech. Zur Bildung des neuen Stapels wird auf eine Preßplatte ein Gumm Tuch von 2 mm Dicke gebracht und auf dieses eine Glanzplatte mit dem Blatt nach oben. Darauf kommen zwei trockene Blätter und ein Gumm Tuch, dann ein weiteres Glanzblech mit Papierblatt usw. bis der Stapel fertig ist. Die Pressung erfolgt 2 min unter einem Druck von 10 kg/cm<sup>2</sup>. Getrocknet wird auf einem Zylinder bei 60° und 30 min Erwärmungsdauer, wobei das Papierblatt von der Zylinderwandung abgekehrt ist. — Die Probeblätter werden vor der Prüfung mindestens 4 h in bewegter Luft von 65% relativer Feuchtigkeit und 20° ausgelegt.

**ür die Prüfung von Zellstoff auf Festigkeit.**

Finnland		Vorgeschlagene nordische Einheitsmethode	England	USA.
Hollandermahlung	LAMPÉN-Mühle			
etwa 18		—	4 (24)	4
Valley-Holl. 2,25 500 60 f. Sulfit u. gebl. Sulfit 90 f. Kraft- zellstoff Sieb Nr. 100 engl.	WENBERG 0,3 1500 5 f. Sulfit u. gebl. Sulfit 15 f. ungebl. Sulfit Sieb Nr. 100 engl.	Engl. Zerfaserer 1,2 3000 15 —	Engl. Zerfaserer 1,2 3000 25 Sieb Nr. 150	Engl. Zerfaserer 0,6 3000 25 —
Valley-Holl. 2,25 45 bis 55° SR	LAMPÉN- Mühle 3 45 bis 55° SR	LAMPÉN-Mühle 3 Mahlkurve	LAMPÉN-Mühle 3 Ungemahlen (Null- punkt) u. 40 bis 50° SR	Niagara- u. Valley- Iron-Holländer — 6 bis 7 Mahlpunkte
— — —	— — —	Engl. Zerfaserer 1,2 2	— — —	Engl. Zerfaserer — 10
Zentrallaboratorium 16,5 × 16,5 66,7 100 20 0,0375		Schwed., norweg. od. finn. Standardgerät — 67 100 — 0,025	Engl. Standardgerät 16 Dmr. 60 (75) 150 — —	Amer. Standardgerät Rundes Blatt 60 — — —
5,4 kg/cm <sup>2</sup> 4 min		1 kg/cm <sup>2</sup> 1 min 10 kg/cm <sup>2</sup> 2 min	3,5 kg/cm <sup>2</sup> 5 min 3,5 kg/cm <sup>2</sup> 2 min	— —
Zwischen Löschkarton Zylinder 65°		Platte Zylinder 60° 30 min	Platte 20°	— —

## Schrifttum.

Literaturübersichten über die Festigkeitsprüfung von Zellstoffen und die damit zusammenhängenden Fragen sind an folgenden Stellen erschienen:

MOORE: Paper Trade J. Bd. 89 (1929) Nr. 12 u. CABLE: Paper Trade J. Bd. 92 (1931) Nr. 9.  
POSSANNER VON EHRENTHAL: Papierfabrikant **30** (1932) S. 165.

In Ergänzung hierzu sei noch auf folgende seither veröffentlichte Arbeiten verwiesen:

BARBER, F. G. u. F. C. PETERSON: Eine Studie über die Einflüsse bei der Blattherstellung. Paper Trade J. Bd. 103 (1936) Nr. 4, S. 32.

CLARK: Herstellung und Prüfung von Papierstoffblättern. Paper Trade J. Bd. 94 (1932) Nr. 12, S. 35 u. Zellstoff u. Papier **12** (1932) S. 240.

CLARK: Kollergangmahlungsmethode zur Zellstoffbewertung. Paper Trade J. Bd. 100 (1935) Nr. 11, S. 36.

CLARK, J. d' A. u. R. S. v. HAZMBURG: Weitere Ergebnisse über die Kollergang-Mahlmethode zur Zellstoffbewertung. Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 14, S. 35.

COGHILL, J.: Zellstoffprüfung mittels eines Schnellverfahrens zur Blattbildung. Paper Trade J. Bd. 102 (1936) Nr. 9, S. 27.

DIERKES, G.: Über die Zusammenhänge zwischen der chemischen Konstitution und den physikalischen Eigenschaften der Cellulose. Jentgens Kunstseide und Zellwolle **23** (1941) S. 243.

DOUGHTY u. CURRAN: Ein Vergleich von Blattbildungsapparaten für die Zellstoffbewertung. Paper Trade J. Bd. 97 (1933) Nr. 25, S. 38.

ELLERN-EICHMANN, H.: Eine Studie über den Zusammenhang zwischen Blattfestigkeit und Leimung von ungebleichtem Sulfitzellstoff. Papierfabrikant **31** (1933) S. 197, 209, 222.

GRUND, E.: Neue Gesichtspunkte für die Beurteilung des Mahlgrades. Papierfabrikant **36** (1938) S. 141.

GRUND, E. u. H. WEIDENMÜLLER: Über die Nullreißlänge von Zellstoffen und Papieren. Papierfabrikant **30** (1932) S. 397.

HAURY, F.: Das Greensche Mahlgradprüfgerät. Papierfabrikant **33** (1935) S. 34, 43.  
HOFFMANN-JACOBSEN, P. M.: Stoffwertbestimmung und Papiereigenschaften. Papierfabrikant **30** (1932) S. 577.

JAYME, G.: Die Entwicklung der Festigkeitsprüfung von Zellstoff. Papierfabrikant **35** (1937) S. 193.

JAYME, G.: Wege zur Erzeugung von Papierzellstoffen maximaler Festigkeit. Papierfabrikant **40** (1942) S. 137 u. Cellulosechemie **20** (1942) Nr. 2, S. 43.

JAYME, G. u. H. PFRETZSCHNER: Über die Kennzeichnung von Zellstoffen. Papierfabrikant **37** (1939) S. 97, 109.

JAYME, G. u. G. SCHWAB: Über die Festigkeit faseriger Holocellulose aus Fichtenholz. Papierfabrikant **38** (1940) S. 35.

JAYME, G., W. KLAUDITZ u. P. SARTEN: Getreidestroh als Rohstoff zur Herstellung von Papier- und Kunstfaserzellstoffen. III. Herstellung fester Papier-Strohzellstoffe. Papierfabrikant **39** (1941) S. 137.

JAYME, G. u. S. Mo: Über die Herstellung eines gebleichten Sulfatzellstoffes höchster Festigkeit mittels Natriumchlorit. Papierfabrikant **39** (1941) S. 193.

JAYME, G. u. L. ROTHAMEL: Über die Bleiche von Kraftzellstoffen. Papierfabrikant **40** (1942) S. 26, 34, 44.

JAYME, G. u. LOCHMÜLLER-KERLER: Über die Gewinnung von Papierzellstoffen in höchster Ausbeute und höchster Festigkeit aus Buchenholz, sowie die Wechselbeziehungen zwischen Ausbeute, chemischer Zusammensetzung und Festigkeit. Holz **5** (1942) S. 10.

JOHANSSON: Prüfverfahren für Zellstoff und Holzschliff. Zellstoff u. Papier **17** (1937) S. 286, 389, 436.

JONAS, K. G.: Die Mahlungsvorgänge im Holländer und in der Jokromühle. Papierfabrikant **31** (1933) S. 473.

JONAS, K. G., H. KROSS u. H. HILZ: Beiträge zur Trocknung von Zellstoffmusterblättern und Trockengehaltsbestimmung von Zellstoff. Wbl. Papierfabr. **64** (1933) S. 580.

JONAS, K. G. u. E. RIETH: Der Einfluß der Cellulose-Begleitkohlehydrate auf die Festigkeit von Zellstoffen. Wbl. Papierfabr. **64** (1933) S. 853.

KIENITZ, A. u. W. KLAUDITZ: Über die anatomisch bedingten Unterschiede der chemischen Zusammensetzung und den papiertechnischen Eigenschaften des Buchenholz-Natronzellstoffs. Holz **4** (1941) S. 89.

KLAUDITZ, W.: Zur Zellstoffkennzeichnung im Betrieb. Papierfabrikant **38** (1940) S. 225. — Zur Kennzeichnung verholzter pflanzlicher Zellwände. Papierfabrikant **40** (1942) S. 153. — Über den Markstrahlanteil einiger Laubhölzer unter Berücksichtigung papiertechnischer Fragen. Holz **5** (1942) S. 145.

- KLAUDITZ, W. u. K. BERLING: Zur Kenntnis der papiertechnischen Eignung von Zellstoffen aus Maisstroh. *Papierfabrikant* **39** (1941) S. 153.
- LAUBE: Die Normung der Eigenschaften von Zellstoffen. *Bumaschnaja Promischlennost* **11** (1932) Nr. 10, S. 21 u. *Papierfabrikant* **31** (1933) S. 103.
- LÜTTGEN: Zellstoffprüfung in einer Sackpapierfabrik. *Wbl. Papierfabr.* **63** (1932) S. 146. *Merckblatt V/1 bis V/13* des U.-A. für Zellstoff-Festigkeitsprüfung des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure.
- MORCH, O.: Der Einfluß der Preßbedingungen auf die Blattfestigkeit. *Papierfabrikant* **31** (1933) S. 652 u. *Wbl. Papierfabr.* **64** (1933) S. 827.
- MORDEN, C. W. u. G. H. MCGREGOR: Der „Stoffbereiter“, ein Präzisions-Laboratoriums-Holländer. *Paper Trade J.* Bd. 100 (1935) Nr. 3, S. 36.
- MÜHLSTEPH, W.: Beobachtung an Zellstofffasern aus tropischen Hölzern. *Papierfabrikant* **36** (1938) S. 341, 352.
- MÜHLSTEPH, W.: Die Bedeutung der Fasergestalt für die Zellstoffeigenschaften. 1. Mitteilung. *Holz* **3** (1940) S. 45.
- MÜHLSTEPH, W.: Die Bedeutung der Fasergestalt für die Zellstoffeigenschaften. 2. Mitt. Das Saugvermögen von Zellstoffblättern. *Papierfabrikant* **38** (1940) S. 109, 117.
- MÜHLSTEPH, W.: Die Bedeutung der Fasergestalt für die Zellstoffeigenschaften. 3. Mitteilung. *Cellulosechemie* **18** (1940) Nr. 14/15, S. 219. — Ferner *Cellulosechemie* **18** (1940) S. 132.
- NOLL, A.: Über das thermische Mahlverhalten von Zellstoffen. *Papierfabrikant* **35** (1937) S. 393, 401.
- POSSANNER VON EHRENTHAL: Beiträge zum Festigkeitsproblem. *Papierfabrikant* **30** (1932) S. 676.
- POSSANNER VON EHRENTHAL: Die deutsche Standardmethode zur Bestimmung der Festigkeit von Zellstoffen. *Papierfabrikant* **32** (1934) S. 37.
- POSSANNER VON EHRENTHAL u. E. UNGER: Vergleichsmahlungen mit der Jokromühle in Darmstadt, Waldhof, Aschaffenburg und Köthen. *Papierfabrikant* **32** (1934) Sonder- und Auslandsheft S. 34.
- POSSANNER VON EHRENTHAL u. E. UNGER: Theoretische Grundlagen für die Festigkeitsprüfung von Zellstoffen. *Papierfabrikant* **37** (1939) S. 141, 151.
- RICHTER, E.: Die Reißlänge von Zellstoffen. *Tech. u. Chem. Papier- u. Zellstoff-Fabrikation* **28** (1931) S. 17.
- RICHTER, E.: Festigkeitsauswertung von Zellstoff für die Papierfabrikation. *Zellstoff u. Papier* **13** (1933) S. 431, 476.
- RITMAN, E. L.: Worauf beruht die Festigkeit von Papier. *Polytechn. Weekbl.* **36** (1942) S. 34<sup>o</sup>.
- RUNKEL, R.: Zur Kenntnis der Zellwände tropischer Laubhölzer. *Wbl. Papierfabrikation* **71** (1940) S. 93 und: *Zellstoff und Papier* **21** (1941) S. 140. — Zellwandforschung unter dem Blickpunkt des technischen Einsatzes. *Holz* **5** (1942) S. 413. — Zellstoffgewinnung aus tropischen Laubhölzern. *Wbl. Papierfabrikation* **72** (1941) S. 113.
- RUNKEL, R. u. P. SCHOELLER: Über Holzzellstoffe höchster Festigkeit durch Aufschluß mittels Natriumchlorit. *Papierfabrikant* **40** (1942) S. 201.
- RUTZ, G.: Die Hydratation als Blattfestigkeitsfaktor. *Papierfabrikant* **30** (1932) S. 704.
- STEINSCHNEIDER, M. u. E. GRUND: Über den Einfluß von Faserlänge und Faserschleim auf den Mahlgrad und die Festigkeitseigenschaft gemahlener Zellstoffe. *Papierfabrikant* **36** (1938) S. 1, 13.
- STEINSCHNEIDER, M., H. KROSS u. L. IMGRUND: Beitrag zur Mahlcharakterisierung durch Mahlgrad, Fasermessung und Faserfraktionierung. *Papierfabrikant* **34** (1936) S. 177.
- STEINSCHNEIDER, M., H. KROSS u. L. IMGRUND: Das finnische Verfahren zur Festigkeitsbestimmung von Zellstoff. Verfahren des AB. Centrallaboratoriums. Keskuslaboratorio O.Y. in Helsingfors. *Zellstoff u. Papier* **16** (1936) S. 395.
- STRACHAN, J.: Weitere Mitteilungen über die Hydratation von Cellulose in der Papierherstellung. *Papierfabrikant* **30** (1932) S. 616, 625, 638 u. 652.
- Technical Association of the Pulp and Paper Industry*: Herstellung und Prüfung von Papierstoffblättern. Abgeänderte Methode T 205 m. *Paper Trade J.* Bd. 103 (1936) Nr. 10, S. 42.
- UNGER, E.: Bericht über die im Jahre 1934 innerhalb der Festigkeitskommission durchgeführten Arbeiten. *Papierfabrikant* **33** (1935) S. 153, 161.
- Verein der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure*: Sitzungsbericht. *Papierfabrikant* **33** (1935) S. 385 u. **34** (1936) S. 281.
- Verein der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure*: Sitzungsbericht der Festigkeitskommission. *Papierfabrikant* **34** (1936) S. 281, 291.
- WRANA: Über die Festigkeit und Mahlung von Papierzellstoffen. *Papierfabrikant* **40** (1942) S. 215.

### III. Mechanische Prüfung von Holzschliff.

Bei der Prüfung von Holzschliff<sup>1</sup> stehen die physikalischen und mechanischen Eigenschaften im Vordergrund des Interesses, während chemische Kriterien, z. B. der Harzgehalt, für eine technische Beurteilung nur in vereinzelt Fällen in Betracht kommen dürften. Außer den Festigkeitseigenschaften interessiert vor allem die von der Art des Schleifens herrührende Beschaffenheit, nämlich die sog. *Feinheit*, der *Splittergehalt*, die *Schmierigkeit* und das *Verhalten beim Entwässern*, daneben auch das Äußere, wie *Weißgehalt* und *Farbton*. Auf Grund systematischer Untersuchungen, die zur Aufgabe hatten, eine einheitliche Bewertungsgrundlage für Holzschliff zu schaffen, haben BRECHT und HOLL<sup>2</sup> das nachstehende Verfahren ausgearbeitet, das vom *Verein der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure* als Standardmethode vorgeschlagen wurde<sup>3</sup>.

#### Standardverfahren<sup>4</sup> zur Gütebeurteilung von Holzschliffen nach BRECHT und HOLL.

##### I. Allgemeine Angaben.

Dem Prüfbefund sind folgende Angaben voranzustellen:

- a) *Alter des Holzstoffes* (Datum der Schliffherstellung und der Prüfung),
- b) *Holzart* bzw. *Mischungsverhältnis* bei Verwendung verschiedener Holzarten,
- c) *Stelle der Probenentnahme* (z. B. Schleifertrog, Eindickbütte, Presse, Trockner usw.),
- d) *Trockengehalt* der Probe, bestimmt nach der Anweisung des Vereins deutscher Holzstofffabrikanten (s. Anhang zu diesem Abschnitt, S. 341).

##### II. Vorbereitung der Probe zur Prüfung.

50 g absolut trocken gedachter Stoff werden mit 2 Liter Wasser in dem für die Zellstoffprüfung nach dem deutschen Einheitsverfahren festgelegten Gerät (vgl. S. 309) aufgeschlagen, und zwar wird

- a) feuchter, nur durch Anwendung mechanischer Hilfsmittel entwässerter Stoff 15 min in Wasser von Zimmertemperatur eingeweicht und hierauf 5 min aufgeschlagen;
- b) durch Anwendung von Wärme getrockneter Stoff 2 h in Form kleiner Fetzen in Wasser von Zimmertemperatur eingeweicht und hierauf 10 min aufgeschlagen. Enthält der Stoff nach dieser Zeit noch unaufgelöste Stoffknoten, wie sie mitunter bei hohem Gehalt an Harz und Feinstoff vorkommen, so sind sie durch ein nachträgliches Sieben, das nur die Knoten zurückhält, zu entfernen.

Liegt der Stoff als Brei vor, wird er ohne aufzuschlagen direkt weiter verarbeitet.

##### III. Prüfung.

###### 1. Kennzeichnung des Aussehens.

a) **Bildliche Darstellung.** Die Struktur des Stoffes wird im Bild in Vergrößerung 3,5:1 sichtbar gemacht. Man geht zur Erlangung des Bildes folgender-

<sup>1</sup> Eine die Prüfung von Holzschliff betreffende Literaturzusammenstellung findet sich bei W. BRECHT und R. TRENTSCHEL: *Papierfabrikant* **36** (1938) S. 462.

<sup>2</sup> BRECHT, W. u. M. HOLL: *Papierfabrikant* **37** (1939) S. 74.

<sup>3</sup> Zwischen diesem Verfahren und der englischen und norwegischen Einheitsmethode zur Prüfung von Holzschliff [s. S. SAMUELSEN u. O. BADE: *Tremasse Analyse. Papier-J.* **22** (1935) S. 241] bestehen, wie von BRECHT und HOLL erwähnt wird, nur geringe Unterschiede.

<sup>4</sup> Auszug aus Merkbl. 201 des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure.

maßen vor: Mit einer Probe des aufgeschlagenen Stoffes wird in einem Standzylinder unter Verwendung destillierten Wassers eine hochverdünnte Stoffsuspension (etwa 1:2000) hergestellt, von der man eine kleine Menge in dünner Schicht auf eine Glasplatte von etwa  $9 \times 12$  cm aufgießt. Die Glasplatte wird hierauf im Trockenschrank getrocknet, wobei die Fasern auf der Glasplatte haftenbleiben. Diese Glasplatte kann direkt in einen einfachen Vergrößerungsapparat (z. B. Leica) eingebracht und in der angegebenen Vergrößerung auf Bromsilberpapier projiziert werden. Die Fasern erscheinen hierbei weiß auf schwarzem Grund. Um für das Archiv ein Negativ zu erhalten, geht man am besten so vor, daß die Glasplatte auf schwarzem Grund im auffallenden Licht mit der gewöhnlichen Plattenkamera bei langem Auszug direkt in gewünschter Vergrößerung fotografiert wird.

**b) Weißgehalt.** Die Bestimmung des Weißgehaltes erfolgt im PULFRICH-Photometer im Vergleich mit einer Barytweißplatte unter Verwendung des Blaufilters K VI (siehe S. 262).

**c) Farbbestimmung.** Der Farbton wird durch direkten Vergleich mit geeigneten Mustern beurteilt.

*Herstellung der Farbmuster.* Aus gebleichtem, ungemahlenem Baumwollhalbstoff werden mit dem Blattbildungsapparat Rapid-Köthen unter Anwendung steigender Farbstoffmengen im Stoff gefärbte Blätter von  $100 \text{ g/m}^2$  geschöpft. Der Aufbau der drei folgenden vorgesehenen Farbmusterreihen erfolgt durch Variation des Verhältnisses zwischen zwei Farbstoffen und einem Abtrübungs-farbstoff.

Die Farbstoff-Stammlösungen enthalten je Liter:

	Stammlösung A	Stammlösung B	Stammlösung C
Siriuslichtorange 7 G . . . . .	0,12 g	0,18 g	0,19 g
Siriuslichtorange 3 R . . . . .	0,015 g	0,03 g	0,16 g
Siriuslichtgrau R . . . . .	0,02 g	0,0235 g	0,11 g

Von jeder Stammlösung werden sechs Ausfärbungen erzeugt, indem auf 5 g (abs. tr.) *Papierstoff* von obigen Stammlösungen zur Anwendung kommen:

Ausfärbungen Nr. . . . .	1	2	3	4	5	6
Angewandte Mengen $\text{cm}^3$ . . . . .	2,5	3,75	5	6,25	7,5	10

*Durchführung der Prüfung.* Der Vergleich der Holzstoffmuster mit den Standardfärbungen muß bei natürlichem zerstreutem Tageslicht oder unter Anwendung einer Tageslichtlampe erfolgen. Die Färbung wird angegeben als z. B. B 2 = Stammlösung B Ausfärbung 2.

## 2. Formkennzeichnung durch Siebfractionierung und Splittergehaltsbestimmung.

**a) Die Siebfractionierung** beschränkt sich auf die Gewinnung dreier Fraktionen, und zwar

- $\alpha$ ) den Feinstoff, der das Sieb Nr. 120 passiert,
- $\beta$ ) die größeren Fasern, die auf Sieb Nr. 40 zurückbleiben und
- $\gamma$ ) die Zwischenfraktion, die durch Sieb Nr. 40 hindurchtritt und auf Nr. 120 liegen bleibt. Sie ergibt sich durch Rechnung.

<sup>1</sup> W. BRECHT und R. SÜTTINGER unterscheiden folgende Strukturbestandteile des Holzschliffes, die dessen Formcharakter kennzeichnen und deren Mengenverhältnis die technologischen Eigenschaften des Schliffes in erster Linie beeinflussen: *Splitterstoff*, *Faserstoff* und *Feinstoff*.

Unter „*Splitterstoff*“ ist der Anteil zu verstehen, der bei der Sortierung mit dem Laboratoriums-Splitterfänger die 0,2 mm breiten Schlitze nicht passiert, unter „*Faserstoff*“,

Zur Kontrolle und Sicherung gegen grobe Bedienungsfehler werden von jeder Siebung zwei Versuche ausgeführt. Die erhaltenen einander zugehörigen Ergebnisse dürfen sich um nicht mehr als 3% abs. tr. unterscheiden, anderenfalls wird ein neuer Versuch durchgeführt.

Die Siebung erfolgt vorteilhaft auf dem Fraktioniergerät HS von Leje u. Thurne (vgl. S. 303). Hierbei wird folgendermaßen gearbeitet: Der Stoffeintrag (2 g abs. tr.) geschieht in 0,5%iger Suspension und dauert 10 s. Die Gesamtwaschdauer beträgt 6 min bei einem Wasserdruck von 1 atü. Der Siebrückstand wird auf ein gewogenes Filter in eine Nutsche gespült und im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Die Angabe der Fraktion erfolgt in Gewichtsprozenten.

**b) Splittergehaltsbestimmung.** Die Erfassung der Splitter erfolgt auf einer geschlitzten Platte von 0,2 mm Schlitzweite im Splitterfanggerät. Zur Siebung gelangen 40 g abs. tr. Stoff, die auf normale Weise im Aufschlaggerät in 2% iger Stoffdichte aufgeschlagen werden. Auf der Schlitzplatte bleiben als Rückstand die Splitter, deren Prozentsatz in gleicher Weise wie unter a ermittelt wird.

Normal sortierter Handelsschliff darf keine derartigen Splitter aufweisen.

### 3. Entwässerungsverhalten.

**a) Schmierigkeitsgrad nach SCHOPPER-RIEGLER.** Die Bestimmung wird mit 2 g Eintrag nach der Methode des *Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure* ausgeführt (Merkbl. 108; vgl. S. 329). Sie gibt ein Maß für die Entwässerungsgeschwindigkeit.

**b) Entwässerungsdauer<sup>1</sup>.** Das senkrechte Rohr des SCHOPPER-RIEGLER-Apparates wird mit einem Stopfen verschlossen und mit Wasser aufgefüllt, so daß alles aus dem Siebzylinder abfließende Wasser durch das seitliche Rohr treten muß. Ein Liter der 0,3%igen Suspension wird in den mit dem Kegel verschlossenen Siebzylinder gegeben, hierauf der Ventilkegel abgehoben und mit der Stoppuhr die Zeit gemessen, die vom Ventilabheben bis zum vollzogenen Ausfluß von 700 cm<sup>3</sup> verläuft.

### 4. Blatteigenschaften.

Zur Bildung der Blätter bedient man sich, ebenso wie in der Zellstoffprüfung, des „Rapid-Köthen“-Blattbildners nach Merkblatt 108 der Zellstoff-Festigkeitskommission (s. S. 330), nur mit dem Unterschied, daß das Probeblatt nicht auf Karton abgegauscht, sondern direkt auf dem Sieb getrocknet wird. Nach

---

der bei der Siebfractionierung auf dem Sieb Nr. 120 zurückbleibende Teil, während als „Feinstoff“ der Anteil bezeichnet wird, der beim Waschprozeß durch das Sieb Nr. 120 gespült wird. Beim Feinstoff wird noch zwischen „Schleimstoff“ und „Mehlstoff“ unterschieden. Der Schleimstoff besteht aus Faserschleim und mehr oder minder stark gequollenen feinsten Fibrillen, der Mehlstoff aus pulvrig geriebenen Teilchen des unveränderten Holzes. Eine Trennung dieser beiden Anteile ist nicht möglich; Rückschlüsse auf ihr Mengenverhältnis und auf die Bedingungen bei der Herstellung des Schliffes können jedoch aus den Ergebnissen der Festigkeitsprüfung an den nach Punkt 4 (Blatteigenschaften) der oben genannten Prüfvorschrift hergestellten Probeblätter gezogen werden [Wbl. Papierfabr. 74 (1943) S. 3 u. 21].

<sup>1</sup> Da der Zunahme des Schmierigkeitsgrades nach SCHOPPER-RIEGLER oberhalb 65° eine überproportionale Erhöhung der Entwässerungsdauer auf der Papiermaschine entspricht, ist in diesem Schmierigkeitsgebiet zur besseren Beurteilung zusätzlich eine Prüfung mit einer stärker differenzierenden Methode erforderlich. Die nach dem oben beschriebenen Verfahren ermittelte Entwässerungsdauer gibt die Entwässerungszeit auf der Papiermaschine tendenzmäßig besser wieder als der Schmierigkeitsgrad nach SCHOPPER-RIEGLER.

jedem Trocknen wird das Sieb durch leichtes Bürsten unter dem Wasserhahn gereinigt. Auf diese Weise vermindert sich die Blattbildungsdauer.

Zur Blattbildung gelangen 3,14 g abs. tr. Stoff entsprechend einem Quadratmetergewicht von 100 g. Die zulässigen Schwankungen dürfen  $\pm 1\%$  betragen.

Es werden gemessen und als Mittel aus je 10 Einzelversuchen angegeben:

- a) die *Reißlänge* in m;
- b) der *relative Berstdruck* für eine Prüffläche von 10 cm<sup>2</sup>.

Die Festigkeitswerte zu a und b werden nach DIN DVM 3412 (s. S. 139 und 152) ermittelt;

- c) die *Biegezahl*,

bestimmt mit dem SCHOPPER-Dauerbiegeprüfer bei einer Belastung von 0,3 kg und einem Biegewinkel von  $2 \times 90^\circ$  (s. S. 164);

- d) das *Raumgewicht*,

bestimmt nach DIN DVM 3411 (s. S. 128).

### 5. Sonstige Angaben bzw. Bemerkungen.

Im Prüfbericht sind gegebenenfalls Angaben über Pilzbefall, Verschmutzung durch Schälreste usw. aufzunehmen. Insbesondere ist bei feineren, z. B. gebleichten Schliffqualitäten, eine Kennzeichnung des Aussehens erwünscht. Der Gehalt an Unreinheiten, wie Rindenstückchen und sonstigen verschmutzenden Bestandteilen wird jedoch nicht zahlenmäßig erfaßt, sondern nur durch eine Bemerkung im Prüfungsbefund berücksichtigt. Bei hohen Anforderungen an die Stoffreinheit kann ein auf die Flächeneinheit eines 100 g/m<sup>2</sup> schweren Stoffblattes bezogenes Auszählen der Verschmutzungen erfolgen.

### Ermittlung des Trockengehaltes von Holzschliff<sup>1</sup>.

**1. Zur Probenahme heranzuziehender Anteil der Lieferung.** Der zur Probenahme heranzuziehende Anteil der Lieferung soll in allen Fällen mindestens 2% des Gewichtes betragen, und zwar müssen aus je 15000 kg Naßgewicht zur Probeentnahme herangezogen werden:

- a) bei loser Verladung (Eisenbahnwagen oder Achsfuhrwerk) von zusammengelegten Paketen oder unverpackten Rollen nicht weniger als 10 solcher Packungseinheiten;
- b) bei Lieferung in verschnürten Päckchen oder verschnürten Rollen im Gewicht von je 100 kg und darüber (Eisenbahnwagen oder Schiffsloadungen) nicht weniger als 5 solcher Packungseinheiten.

Bei Schiffsloadungen, welche aus mehreren einzeln berechneten Eisenbahnwagenladungen zusammengesetzt sind, müssen die Packungseinheiten aus den einzelnen Wagenladungen gezeichnet und numeriert werden.

Die zur Probenahme heranzuziehenden Packungseinheiten müssen tünlichst gleichmäßig von verschiedenen Stellen der aufgestapelten Lieferung entnommen werden. Auszuschließen sind solche, bei denen die Gefahr des Austrocknens bestanden hat, also insbesondere die an der Oberfläche gelegenen. Es empfiehlt sich zur Vermeidung von Verwechslungen, die zur Probenahme herangezogenen Packungseinheiten (Ballen, Päckchen, Wickel) mit dem Datum des Frachtbriefes oder der Wagennummer zu bezeichnen.

Bei Schabstoff oder Brockenstoff in Säcken sind die Proben sackweise entsprechend zu ziehen.

**2. Probenahme.** Die Entnahme von Trockenproben aus den zur Probenahme herangezogenen Packungseinheiten geschieht in der Regel durch Stanzen, Bohren oder in Streifen. Gestanzt wird feuchter Stoff in Paketen und Ballen. Bei Paketen ist durch alle Lage zu stanzen, bei Ballen mindestens 8 cm tief. Das Ausbohren erfolgt bei Trockenstoff in Ballen usw. am zweckmäßigsten 5 cm tief.

Als Stanze ist ein am unteren Ende von außen geschärftes Stahlrohr von mindestens 5 cm lichter Weite und als Bohrer ein ebensolches Rohr mit gezahntem und gestauchtem Rand zu benutzen.

<sup>1</sup> Vereinbart vom Verein Deutscher Holzstoff-Fabrikanten mit dem Verein Deutscher Papierfabriken e. V., Ausgabe 1928 [Zellstoff u. Papier 8 (1928) S. 297].



Bei Probenahme in Streifen sind die Tafeln aus oberen, mittleren und unteren Lagen zu wählen. Ein 6 bis 8 cm breiter Streifen aus der Mitte des Bogens wird von der ganzen Breite der Tafeln am zweckmäßigsten über die Kante einer Holzleiste abgebrochen.

**3. Probebehandlung.** Es ist zu empfehlen, insgesamt eine Probemenge von etwa 2000 g in 4 Teilen von je 500 g zu entnehmen. Die Wägung hat unmittelbar nach der Probenahme auf einer genügend empfindlichen Waage zu erfolgen.

Eine der 4 Teilproben dient zur erstmaligen Bestimmung des Trockengehaltes, die übrigen werden zu etwa notwendig werdenden Überprüfungen bei Beanstandungen, mit genauer Angabe des Feuchtgewichtes bei der Probenahme, gesondert eingeschlagen und sorgfältig aufbewahrt.

Luftdichte Aufbewahrung ist (auch in Streiffällen) nicht nötig, wenn die Wägung des feuchten Stoffes vor vertrauenswürdigen Zeugen stattgefunden hat. Von den drei zurückgelegten Teilproben ist eine für eine etwaige Nachprüfung durch die beteiligten Firmen, die beiden übrigen sind für die Schiedsprüfung im Streitfall bestimmt.

Werden Proben zur Nachprüfung an eine Prüfungsstelle gesandt, so ist bei zuverlässiger Feststellung des Feuchtgewichtes unmittelbar bei der Probenahme eine vor Verdunstung schützende Verpackung nicht nötig; nur wenn das Feuchtgewicht bei der Probenahme nicht zuverlässig festgestellt worden ist, muß die Versendung in luftdicht verschlossenen Gefäßen erfolgen, am besten im Blechgefäß mit Gummidichtung und Schraubverschluß. Einschlagen in Ölpapier oder feuchten Stoff derselben Sendung kann nur als mangelhafter Notbehelf gelten.

**4. Trocknung.** Die Trocknung soll in einem geeigneten Apparat bei 100 bis 105° C vorgenommen und bis zum gleichbleibenden Gewicht durchgeführt werden. Erreichung der Gewichtsbeständigkeit ist anzunehmen, wenn die Gewichtsabnahme zwischen den letzten beiden Wägungen nicht mehr als 0,1% beträgt. Zwischen den letzten beiden Wägungen muß, wenn das Trockengut zur Wägung aus dem Trockner herausgenommen wird, eine Zeitspanne von mindestens 30 min liegen; bei Trocknern in Verbindung mit einer Waage genügen 15 min zur Erkennung der Gewichtsbeständigkeit.

**5. Wägen.** Am empfehlenswertesten sind Trockner, die das Wägen ohne Entnahme aus dem Apparat erlauben. Bei Wägung nach Entnahme der Proben aus dem Trockner ist das Absoluttrockengewicht nur annäherungsweise bestimmbar, weil der sich abkühlende Stoff begierig Feuchtigkeit aus der Luft aufsaugt.

**6. Berechnung des Trockengehaltes.** Das gefundene absolute Trockengewicht wird in Prozenten angegeben, wobei die Dezimalstellen auf ganze Zehntel nach unten abzurunden sind<sup>1</sup>. Beispiel:

$$\begin{array}{l} \text{Feuchtgewicht der Probe} \dots\dots 500 \text{ g} \\ \text{Absolutes Trockengewicht} \dots\dots 153,5 \text{ g} \\ \text{Absoluter Trockengehalt} = \frac{153,5 \cdot 100}{500} = 30,7\% \end{array}$$

Trotz erdenklichster Sorgfalt weichen erfahrungsgemäß mehrere Ermittlungen, die neben oder nacheinander oder von verschiedenen Stellen vorgenommen werden, fast stets etwas voneinander ab. Weicht die Prozentzahl nicht mehr als 1 nach oben oder unten ab, gilt die Ermittlung des Verkäufers als zutreffend.

Werden vom Empfänger größere Abweichungen gemeldet, wird zunächst zur Feststellung des Trockengehaltes einer zweiten der zurückgelegten Teilproben geschritten. Ergeben auch diese Ermittlungen keine Übereinstimmung, so ist nach Ziffer 4 Abs. 4 der „Verkaufbedingungen“ des Vereins Deutscher Holzstoff-Fabrikanten zu verfahren.

## IV. Prüfung von Zellstoff auf mechanische Pergamentierfähigkeit.

*Allgemeines.* Unter „mechanischer Pergamentierfähigkeit“ wird die Eigenschaft eines Zellstoffes verstanden, bei geeigneter Mahlung ein Papier zu ergeben, das eine dem „echten“ Pergamentpapier ähnliche Beschaffenheit aufweist, soweit es das Äußere und die Fettdichtigkeit betrifft. Diese Eigenschaft besitzen mit

<sup>1</sup> Bis zum 31. 12. 1939 wurde das absolute Trockengewicht in dem Verhältnis 88:100 auf Lufttrockengewicht umgerechnet.

wenigen Ausnahmen alle Zellstoffe<sup>1</sup>; sie unterscheiden sich jedoch darin, daß bei fortlaufender Mahlung unter gleichen Bedingungen die *Pergamentierschwelle*, das ist der Mahlzustand, bei dem die mechanische Pergamentierung des Papiers eintritt, bei verschiedenem Mahlgrad bzw. verschiedener Mahldauer erreicht wird.

Als Kriterium für den *Grad der Pergamentierfähigkeit* ist nach der deutschen „Einheitsmethode zur Bewertung der mechanischen Pergamentierfähigkeit von Zellstoffen“<sup>2</sup> das aus Mahlgrad (SR) und Mahldauer (min) gebildete *Mahlprodukt* anzusehen, bei dem unter bestimmten Mahl- und Blattherstellungsbedingungen die Pergamentierschwelle erreicht wird. Hiernach werden folgende 5 Klassen unterschieden:

Pergamentierfähigkeitsklassen.

Klasse	Mahlprodukt	Charakteristik des Zellstoffs
I	bis 3000	sehr leicht pergamentierfähig
II	über 3000 bis 6000	leicht pergamentierfähig
III	über 6000 bis 9000	normal pergamentierfähig
IV	über 9000 bis 12000	schwer pergamentierfähig
V	über 12000	sehr schwer pergamentierfähig

#### Arbeitsvorschrift zur Bestimmung der Pergamentierschwelle nach der deutschen Einheitsmethode.

1. Die *Mahlung* und *Blattherstellung* erfolgt grundsätzlich nach der deutschen Einheitsmethode für die Festigkeitsprüfung von Zellstoffen (vgl. S. 326). Die Pergamentierschwelle wird hierbei folgendermaßen ermittelt:

Mit 2 oder mehr Mahlpunkten werden zunächst die Grenzen festgelegt, innerhalb deren die Pergamentierung voraussichtlich eintritt (meist zwischen 50° und 60° SR). Dieses Intervall wird dann mit weiteren Mahlpunkten schärfer eingengt.

Hat man beispielsweise gefunden, daß die Pergamentierschwelle bei etwa 60 min Mahldauer noch nicht erreicht ist, bei 70 min dagegen sehr deutlich hervortritt, so führt man mehrere Mahlungen in diesem Gebiet aus, etwa mit einer Mahldauer von 62, 65, 68 min.

2. *Prüfung der Probeblätter*. Für die Feststellung, ob die Pergamentierschwelle erreicht ist, ist die Blasenprobe in der Ausführungsform nach NOLL und NAGEL maßgebend (vgl. S. 246), wobei von jedem Blatt der einzelnen Mahlstufen 3 Streifen nach entsprechender Klimatisierung geprüft werden<sup>3</sup>.

## V. Prüfung von Zellstoff auf schädliches Harz.

*Allgemeines*. Bei der Verarbeitung mancher Sulfitzellstoffe kommt es zur Abscheidung klebriger Harzteilehen, wobei die Siebe verschmutzen, die Stoffbahn an den Pressen klebt und das fertige Papier durch Harzflecken verunreinigt wird. Die Ursachen dieser als „*Harzschwierigkeiten*“ bekannten Erscheinungen sind noch nicht restlos geklärt, so sehr man sich auch darum bemüht

<sup>1</sup> Von O. WURZ wurde gefunden, daß die mechanische Pergamentierung an die Anwesenheit von schleimbildenden Pektinstoffen gebunden ist. Da diese Substanzen bei der Zellstoffveredlung mehr oder weniger entfernt werden, lassen sich hochveredelte Zellstoffe nicht fett dicht mahlen [Papierfabrikant 38 (1940) S. 83, 87].

<sup>2</sup> Merkbl. 13 des Unterausschusses für Faserstoffanalysen des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure.

<sup>3</sup> Für den Bedarfsfall sieht das Merkbl. 13 auch eine Beurteilung nach der Fettdichtigkeitsprobe von NOLL und NAGEL (vgl. S. 247) und nach der Saughöhenmethode (vgl. S. 216 und 347) vor.

hat<sup>1</sup>. Während ursprünglich der Gesamtharzgehalt und späterhin der Anteil an petrolätherunlöslichem Harz, sowie der Gehalt an fettartigen Substanzen für das Ausscheiden von „klebendem Harz“ verantwortlich gemacht wurde, neigt man heute zur Ansicht, daß weder der Gesamtgehalt an Harz und Fett, noch deren chemischer Charakter, sondern in erster Linie die physikalische Beschaffenheit dieser Körper maßgeblich ist, vor allem das Erweichungsintervall (der sog. Schmelzpunkt) und die Plastizität des Gemisches.

Es ist daher verständlich, daß eine Bestimmung des Gesamtharzgehaltes oder der chemischen Zusammensetzung des Extraktes für eine Voraussage des Verhaltens einer bestimmten Zellstoffprobe bei der Verarbeitung nur geringe Bedeutung hat. Immerhin können aus der Art des Rückstandes, wie z. B. aus der Löslichkeit in Petroläther oder der Konsistenz (hart oder klebend) gewisse Rückschlüsse gezogen werden. Eine angenäherte Trennung des harten vom klebenden Anteil ist nach C. SCHWALBE durch einen Kunstgriff beim Eindunsten des Lösungsmittels möglich. Da man auf rein chemischem Wege zu keinem sicheren Urteil kommt, wird bei einer Anzahl neuerer Verfahren versucht, unter Bedingungen, die denjenigen der Praxis mehr oder weniger nachgeahmt sind, den durch mechanische Bearbeitung von der Faser abtrennbaren Anteil des Gesamtharzes zu bestimmen, der als die eigentlich störende Komponente anzusehen ist.

**1. Verfahren nach C. G. SCHWALBE**<sup>2</sup>. 25 g Zellstoff werden mit 300 cm<sup>3</sup> Äther 12 bis 24 h bei Zimmertemperatur ausgezogen. Die ätherische Harzlösung wird durch Abgießen und Abtropfen vom Zellstoff getrennt, durch Abdestillieren auf ein Volumen von 5 cm<sup>3</sup> eingengt, auf ein Uhrglas von etwa 15 cm Dmr. gebracht und an einem vor Erschütterungen und Staub geschützten Platz dem Eindunsten überlassen. Das feste Harz hinterbleibt als durchsichtiger Rückstand in der Mitte des Uhrglases, während sich die klebenden Anteile in einer umgebenden Ringzone milchig trüb abscheiden. Je mehr klebendes Harz der Zellstoff enthält, um so breiter wird diese Zone ausfallen. Die Beurteilung wird erleichtert, wenn gleichzeitig eine Prüfung mit einem Zellstoff ausgeführt wird, dessen Verhalten bei der Verarbeitung bekannt ist.

**2. Verfahren nach R. SIEBER**<sup>3</sup>. Die Zellstoffprobe wird 100 min in der LAMPÉN-Mühle (s. S. 311) gemahlen und in Blattform gebracht. Der Harzgehalt des ungemahlten Zellstoffes und der der daraus hergestellten Papierblätter wird durch Extraktion bestimmt. Die Differenz beider Werte ergibt die Harzmenge, die beim Mahlen von der Faser abgetrennt und im Stoffwasser suspendiert wird.

<sup>1</sup> *Neuere Literatur über schädliches Harz*: EDGE, S. R. H.: Die Erforschung von Harzfragen im Laboratorium. *Worlds Pap. Tr. Rev.* **102** (1934) S. 1184, 1230, 1262 u. 1300. (Ref. C. **1934**, I 1, S. 331.) — HOLMBERG, B.: Extraktstoffe des Sulfitzellstoffes. *Svensk Papp. Tidn.* **36** (1933) S. 766. Harzschwierigkeiten der Sulfitzellstoffindustrie. *Svensk Papp. Tidn.* **40** (1937) S. 180. — KONOPATZKY, G.: Harzschwierigkeiten und Maßnahmen zu ihrer Beseitigung bei Verarbeitung von Zellstoff. *Zellstoff u. Papier* **14** (1934) S. 157. Eine Methode zur Schätzung der schädlichen harzigen Anteile im Zellstoff. *Arb. russ. Inst. Pap.- u. Zellstoffind.* 1935, Nr. 1, S. 151. — KRESS, OTTO u. L. A. MOSE: Ein Überblick über Harzstörungen bei der Herstellung und Verwendung von Sulfitzellstoff. *Paper Trade J. Bd.* 102 (1936) Nr. 25, S. 38 (ausführliche Literaturzusammenstellung). — KLINGSTEDT, F. W.: Über die chemische Ursache der Harzschwierigkeiten. *Papp. och trävarutidskr. för Finland* **20** (1938) Kongressnummer, S. 22. — NOLL, A.: Über das thermische Mahlverhalten von Zellstoffen. *Papierfabrikant* **35** (1937) S. 393 u. 401. — ROLLS, O.: Pechschwierigkeiten in der Papierfabrik. *Papir-J.* **30** (1942) S. 63, 75 u. 89. — SAMUELSEN, S.: Harzschwierigkeiten bei der Papiererzeugung. *Papir-J.* **27** (1939) S. 224. — STÄHLBERG, K.: Harzschwierigkeiten. *Papp. och trävarutidskr. för Finland* **21** (1939) Festnummer. — RAGAN, R. O. u. O. KRESS: Studien über die physikalischen Eigenschaften von Sulfittharz. *Paper Trade J. Bd.* 109 (1939) Nr. 2, S. 35.

<sup>2</sup> SCHWALBE, C. G.: *Wbl. Papierfabrikation* **45** (1914) S. 2286.

<sup>3</sup> SIEBER, R.: *Das Harz der Nadelhölzer*, 2. Aufl., S. 140. Berlin: Carl Hoffmann 1925.

3. Von **EDGE**<sup>1</sup> wird vorgeschlagen, eine aus dem Zellstoff durch Siebung gewonnene Fraktion feinsten Faseranteile einer Mahlung in der **LAMPÉN**-Mühle zu unterwerfen, da das schädliche Harz hauptsächlich an diese Fraktion gebunden ist. Das an den Wandungen und an den Kugeln der Mühle abgeschiedene Harz wird mit einem Alkohol-Benzol-Gemisch herausgelöst und nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels getrocknet und gewogen.

4. **SAMUELSEN**<sup>1</sup> führt die Harzabscheidung durch Rühren einer 2%igen Stoffaufschwemmung in einem scheidetrichterartigen Gefäß bei stets gleichem  $p_H$ -Wert mit Hilfe eines Schraubenrührers herbei. Das sich hauptsächlich am Rührer absetzende Harz wird aus organischen Lösungsmitteln aufgenommen und nach Entfernung des Lösungsmittels als Trockenrückstand bestimmt.

5. **STÄHLBERG**<sup>1</sup> unterwirft den Zellstoff einer 4stündigen Behandlung im *Valley-Holländer* (s. S. 310). Die durch die Bewegung der Walze in den Stoff eingequirlte Luft wirkt flotierend auf die klebenden Anteile des Harzes, wobei sich die schaumartigen Ausscheidungen an einer vor der Walze angebrachten senkrechten Latte fangen und mit Filtrierpapier gesammelt werden. Das Filtrierpapier wird nach dem Trocknen mit Äther ausgezogen.

6. Nach einem Vorschlag von **KONOPATZKI**<sup>1</sup> wird die Probe in 2,5%iger Stoffdichte mit  $n/20$ -Natronlauge geschüttelt. Die alkalische Harzlösung, die auch geringe Mengen von lignin- und tanninartigen Stoffen gelöst enthält, wird nach Filtration neutralisiert und mit einer etwa 0,02%igen wäßrigen Malachytgrünlösung versetzt. Der Farbstoff koaguliert die kolloid gelösten Stoffe unter Bildung von Adsorptionsverbindungen. In gleicher Weise wird eine Probe mit  $n/20$ -Barytwasser behandelt, wobei nur die lignin- und tanninartigen Substanzen in Lösung gehen. Die Extrakte werden nach dem Zentrifugieren kolorimetriert, aus dem Verhältnis der in Lösung verbleibenden Farbstoffmengen wird auf den Gehalt des Zellstoffes an schädlichem Harz geschlossen.

7. **Arbeitsvorschrift der deutschen Einheitsmethode zur Prüfung auf schädliches Harz**<sup>2</sup> (Verfahren von A. NOLL). Da das Eintreten der Harzausscheidungen beim Mahlen vom Erweichungsintervall und vom plastischen Verhalten des Harz-Fett-Gemisches abhängt, hat man darin nicht eine Eigenschaft bestimmter Zellstoffe zu sehen. Derartige Ausscheidungen können nach NOLL vielmehr bei allen Nadelholz-Sulfitzellstoffen hervorgerufen werden, sofern eine bestimmte Temperatur, die „*kritische Mahltemperatur*“, überschritten wird; diese ist allerdings für jeden Zellstoff spezifisch.

Die Erweichungstemperatur und die beim Schmelzen eintretende Plastizität sind wegen der heterogenen und stark wechselnden Zusammensetzung des „Zellstoffharzes“ sehr verschieden. Die Mannigfaltigkeit der Erscheinungen wird noch durch den Umstand erhöht, daß die Beschaffenheit des Harzes durch Polymerisations- und Oxydationsvorgänge infolge natürlicher Alterung beim Lagern oder bei der Wärmeeinwirkung (Trocknung des Zellstoffes) weitgehend beeinflußt wird.

Bei dem von NOLL vorgeschlagenen, nachstehend auszugsweise wiedergegebenen Verfahren wird die Zellstoffprobe einer thermischen Mahlbehandlung zur Ermittlung der „*kritischen Mahltemperatur*“ unterworfen.

*Apparatur.* Als Mahlgerät dient der für diesen besonderen Zweck mit einem Gasringbrenner versehene Kollergang nach CLARK<sup>3</sup>.

*Vorbereitung der Stoffprobe.* 50 g absolut trocken gedachter Stoff werden bei 2,5% Stoffdichte 25 min im genormten Aufschlaggerät (s. S. 309) zerkleinert, ohne Änderung der Stoffdichte in einen 3-Liter-Glasbecher überführt und durch Eiskühlung bzw. Erwärmung (Wasserbad) auf die gewünschte Versuchstemperatur gebracht.

*Mahlung und Bestimmung der kritischen Mahltemperatur.* Der Mahlrog des Kollerganges wird zunächst mit 2 Liter destilliertem Wasser (warm oder kalt, je nach der gewünschten Temperatur) gefüllt und temperiert, erforderlichenfalls mit Hilfe des Heizbrenners. Ist die gewünschte Temperatur erreicht, so wird

<sup>1</sup> Siehe S. 344, Fußnote 1.

<sup>2</sup> Auszug aus Merkbl. 22 des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure.

<sup>3</sup> Siehe S. 310.

die Heizung abgestellt und das Wasser abgelassen, der vortemperierte Stoffbrei eingefüllt und die Heizflamme wieder angezündet. Die Standhöhe des eingefüllten Stoffbreies wird am Trogrand markiert. Während des Mahlvorganges wird je nach Bedarf das verdunstete Wasser durch entsprechend vortemperiertes Wasser ersetzt und auf Konstanz der Temperatur ( $\pm 0,5^\circ$ ) geachtet. Die gewöhnliche Mahldauer bei den verschiedenen Temperaturen (z. B. 20, 30, 40, 50, 60, 70° C usw.) beträgt jeweils 50 min, entsprechend 2000 Umdrehungen für je 50 g absolut trocknen Stoff in 2,5%iger Stoffdichte. An der Wand des vor dem Versuch sorgfältig gereinigten Mahltrogs beginnt je nach Stoffart bei einer bestimmten Temperaturstufe (z. B. 30 oder 40° oder höher) die *Ab-scheidung von Harz in Form eines rotbraunen Ringes*. Für die Beurteilung ist das erste Auftreten eines solchen Harzringes maßgebend. Zeigt z. B. ein Zellstoff bei 40° unter obengenannten Mahlbedingungen noch keine, dagegen bei 50° eine schon wahrnehmbare Harzabscheidung, so liegt die kritische Mahltemperatur bei etwa 50°.

## VI. Prüfung von Zellstoff auf Neigung zum Vergilben.

Die Änderungen des Farbtons, denen alle Zellstoffe beim Lagern am Licht, an der Luft, in der Wärme sowie bei der Einwirkung gewisser Chemikalien in stärkerem oder geringerem Maße unterliegen, und deren Grad von der Reinheit der Stoffe abhängt, wird als *Vergilbung* bezeichnet. Die nachstehend wieder-gegebenen Methoden zur Beurteilung der Vergilbungsneigung sind vom *Verein der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure* als Einheitsverfahren festgelegt<sup>1</sup>.

**1. Feststellung der Lichtvergilbung.** Eine Anzahl Probeabschnitte wird, zur Hälfte abgedeckt, 1 h mit dem *unfiltrierten Licht der Quarzlampe* bestrahlt<sup>2</sup>. Gleichzeitig werden Standardmuster bekannten Vergilbungswiderstandes mitbelichtet. Damit sich die Proben nicht erwärmen, ist der Bestrahlungsraum zu ventilieren. — Für eine genauere Kennzeichnung des Verhaltens der Probe ist eine stufenweise Belichtung (1, 2, 3, 4, 5 h usw.) durchzuführen.

**2. Feststellung der Wärmevergilbung.** Streifenförmige Probeabschnitte werden freihängend im elektrisch beheizten Trockenschrank (Brutschrank) mindestens 1 h im Vergleich mit Standardmustern bekannten Vergilbungswiderstandes auf 50° erwärmt. — Durch Ausdehnung des Versuchs auf eine Erwärmungsdauer von 2, 3, 4, 5 h usw. oder Erhöhung der Temperatur auf 60°, 70° usw. ist eine umfassendere Kennzeichnung des Materials möglich.

**3. Feststellung der Alkalivergilbung.** Unter *Alkalivergilbung* wird die Änderung des Farbtons bei Einwirkung verdünnter Lösungen von verschiedenen alkalisch reagierenden Chemikalien verstanden; insbesondere von Natronlauge, Ammoniak oder Schwefelnatrium.

*a) Natronvergilbung.* Abschnitte der Probe werden in einer flachen Schale 1 h mit einer 1%igen Lösung von reinstem Natriumhydroxyd im Vergleich mit Standardmustern behandelt (20°). Zur Beobachtung gelangt die Verfärbung nach 10, 30 und 60 min.

*b) Ammoniakvergilbung.* Die Behandlung erfolgt mit einer 1%igen Ammoniaklösung in gleicher Weise wie unter a) angegeben.

*c) Schwefelnatriumvergilbung.* Behandlung mit 1%iger Lösung von Schwefelnatrium ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ).

<sup>1</sup> Auszug aus Merkl. 18 des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure. Siehe auch S. 287 f.

<sup>2</sup> Über die Verwendung künstlicher Lichtquellen bei Belichtungsversuchen vgl. das auf S. 271 Gesagte.

## VII. Bestimmung des Quellvermögens.

**Allgemeines.** Da sich fast alle Vorgänge bei der Verarbeitung von Zellstoff in Medien abspielen, die auf die pflanzliche Faser mehr oder weniger stark quellend wirken, ist es verständlich, daß ihrem Quellungsvermögen eine entscheidende Rolle zukommt. Dies trifft schon für das Verhalten der Fasern bei der Papierherstellung zu (Mahlung, Trocknung, Pergamentierung mit Schwefelsäure bzw. Zinkchlorid), insbesondere aber für die chemische Weiterverarbeitung zu Kunstfasern, Folien, Kunststoffen, Nitrocellulose (Auflösung in Celluloselösungsmitteln, Alkalisierung, Veresterung, Verätherung). Hierbei unterscheiden sich die Zellstoffe je nach ihrer Beschaffenheit und Vorgeschichte (Art des Faserstoffes, des Aufschlusses, der Bleiche und Veredlung) in ihrem Bindungsvermögen für Quellmittel, sowie in ihrer Oberflächenaktivität und Reaktionsfreudigkeit bei chemischen Umsetzungen.

Gleichzeitig mit der Erkennung dieser Zusammenhänge entstand das Bedürfnis nach geeigneten Prüfmethoden für die Charakterisierung des Quellungsverhaltens von cellulosehaltigen Materialien. Dem Umfange der Problemstellung und der Mannigfaltigkeit der zutage tretenden Erscheinungen entsprechend ist die Anzahl der vorgeschlagenen Verfahren sehr groß. In einer Literaturzusammenstellung von G. JAYME und R. STEINMANN<sup>1</sup> sind allein 16 Meßprinzipien genannt, von denen noch jedes in mehrfachen Abwandlungen angewandt wurde. Von diesen Methoden hat jedoch nur eine beschränkte Anzahl Bedeutung für die technische Prüfung gewonnen. Es sind dies die Verfahren zur Bestimmung des Wasserbindevermögens (Mahlungsgradprüfung) und der von der *Faserstoff-Analysenkommission* des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure<sup>2</sup> unter dem Begriff „*Quellungskriterien*“ zusammengefaßten Eigenschaften: *Saughöhe*, *lineare Ausdehnung*, *Quellmittelaufnahme* und *Bogendichte* bzw. *Porosität*, sowie das von JAYME und STEINMANN<sup>3</sup> in Vorschlag gebrachte *Dicken-Quellvolumen*.

Die nachstehend beschriebenen Prüfungen werden an den Zellstoffbogen, wie sie aus der Fabrikation oder Lieferung entnommen werden, durchgeführt.

### 1. Saughöhe<sup>4</sup>.

15 mm breite und etwa 20 cm lange Streifen der Zellstoffpappe (je 5 aus Längs- und Querrichtung) werden 5 mm von dem einen Ende entfernt mit einem Bleistiftstrich als Nullmarke versehen und unter Verwendung einer geeigneten Haltevorrichtung bis zu dieser Marke in Wasser von 20° getaucht (Eintauchtiefe demnach 5 mm). Zur Beobachtung gelangt die Steighöhe des aufgesaugten Wassers nach einer Versuchsdauer von 10 und 60 min. Zur Verminderung von Verdunstungserscheinungen ist die Versuchseinrichtung während der Dauer der Prüfung mit einer Glasglocke zu bedecken.

Als Gerät ist die in Abb. 283 wiedergegebene, von NOLL und BOLZ<sup>5</sup> beschriebene Ausführungsform des KLEMMschen Saughöhenprüfers zu empfehlen.

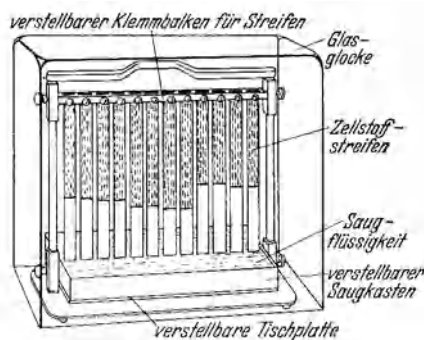


Abb. 283. Apparatur zur Bestimmung der Saughöhe von Zellstoffpappen.

<sup>1</sup> JAYME u. STEINMANN: Papierfabrikant **35** (1937) S. 337, 361.

<sup>2</sup> FAK-Merkbl. 10.

<sup>3</sup> JAYME u. STEINMANN: Siehe Fußnote 1.

<sup>4</sup> Nach FAK-Merkbl. 10.

<sup>5</sup> NOLL u. BOLZ: Papierfabrikant **32** (1934) S. 465.

## 2. Lineare Ausdehnung, Quellmittelaufnahme und Dicken-Quellvolumen.

a) Unter „*linearer Ausdehnung*“ versteht man die prozentuale Dickenzunahme der Zellstoffpappe beim Quellen in Merzerisierlauge, unter „*Quellmittelaufnahme*“ die hierbei eintretende Gewichtszunahme. Ihre Bestimmung erfolgt nach der von NOLL angegebenen Arbeitsweise<sup>1</sup>.

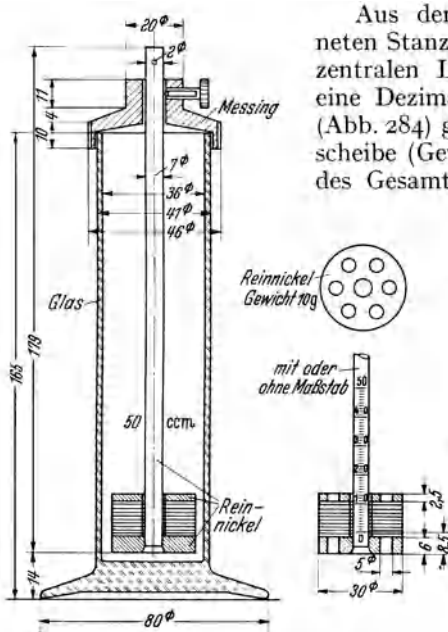


Abb. 284.

Gerät zur Bestimmung der linearen Ausdehnung, der Quellmittelaufnahme und des Dickenquellvolumens.

mit Filtrierpapier von anhaftender Lauge, wobei zweckmäßig die Zellstoffscheibchen bei Schräglage des Stabes vorsichtig etwas nach oben geschoben werden. Die Vorrichtung wird dann wieder gewogen.

*Berechnung:*

$$\text{Lineare Ausdehnung} = \frac{b - a}{a} \cdot 100 \quad [\%];$$

$a$  = Dicke der lufttrocknen Scheiben [mm],  
 $b$  = Dicke nach der Quellung [mm].

$$\text{Quellmittelaufnahme} = \frac{d - c}{c} \cdot 100 \quad [\%];$$

$c$  = Gewicht der lufttrocknen Scheiben [g],  
 $d$  = Gewicht der gequollenen Scheiben [g].

## Konventionsverfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern<sup>2</sup>.

*Dicke.* 10 ausgestanzte Zellstoffringe (30 mm äußerer und 8 mm innerer Durchmesser) werden mit der Nickeldeckplatte (10 g; Abb. 284) bedeckt und mit einem Gewicht von 10 kg belastet, zweckmäßigerweise unter Benutzung einer nach dem Prinzip des einarmigen Hebels konstruierten Belastungsvorrichtung. Unter diesem Druck mißt man die Gesamtdicke  $e$  der 10 Ringe mit einem Schubmaß auf 0,1 mm genau. Die mittlere Bogendicke  $D$  ist dann gleich:

$$D = \frac{e}{10} \text{ [mm].}$$

<sup>1</sup> Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure (FAK-Merkbl. 10).

<sup>2</sup> Blatt „Zst 3“ der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern.

Aus der Zellstoffpappe werden mit einer geeigneten Stanze 10 Scheiben von 30 mm Dmr. und einem zentralen Loch von 8 mm Weite ausgestanzt, auf eine Dezimale genau gewogen, auf einen Nickelstab (Abb. 284) geschoben und mit einer gelochten Nickelscheibe (Gewicht 10 g) beschwert. Nach Feststellung des Gesamtgewichts wird die Säule mit einem gelochten Metallzylinder (Gewicht 800 g) belastet und die Dicke der 10 Scheiben möglichst genau gemessen. Nach Entfernung dieses Gewichts und Anbringung eines Messingdeckels wird der Stab mit den Zellstoffscheiben in ein mit 50 cm<sup>3</sup> 17,5 gew.-%iger Natronlauge von genau 20° beschicktes Glasgefäß getaucht. Nach genau 4 min Einwirkungsdauer wird die Dicke der gequollenen Zellstoffscheiben gemessen, nach einer weiteren Minute wird der Stab aus der Lauge gehoben, mit der Stellschraube des Deckels arretiert und 5 min zum Abtropfen in dieser Lage belassen. Hierauf zieht man die Tauchvorrichtung ganz heraus und be-

freit die obere und untere Nickelplatte, besonders auch die in den beiden Platten befindlichen Löcher durch Abtupfen

**Quadratmetergewicht.** Die Berechnung erfolgt aus dem Gewicht von 10 Zellstoffringen (s. oben) unter Berücksichtigung des Trockengehaltes der Probe.

**Quellung.** Die als Quellung bezeichnete Eigenschaft ist identisch mit der linearen Ausdehnung (s. oben); für ihre Bestimmung ist das gleiche Verfahren festgesetzt, mit der geringen Abänderung, daß die Messung der Dickenzunahme nach  $4\frac{1}{2}$  min erfolgt, und daß als Bezugs- wert die bei der Belastung von 10 kg festgestellte Dicke maßgebend ist.

**Laugenaufnahme.** Definition und Bestimmungsverfahren sind identisch mit der „Quell- mittelaufnahme“ (s. oben); — Die Dicke ist auf 0,1 mm, das Quadratmetergewicht auf 1 g, die Quellung auf 1% und die Laugenaufnahme auf 1 g genau anzugeben.

Anzahl der Einzelversuche: je 5. Die Ab- weichungen der Einzelwerte vom Mittelwert dürfen bei der Dicke nicht mehr als 0,03 mm, beim Quadratmetergewicht nicht mehr als 3 g, für die Quellung nicht mehr als 10% und für die Laugenaufnahme nicht mehr als 10 g betragen.

b) Unter „*Dicken-Quellvolumen*“ ist das Volumen zu verstehen, welches von 1 g absolut trocken gedachtem Zellstoff nach Quellung in Merzerisierlauge ein- genommen wird. Die beim Quellen ein- tretende Schrumpfung wird hierbei nicht berücksichtigt.

Zum Unterschied vom linearen Ausdeh- nungsvermögen ist das Dicken-Quellvolumen von der Bogendichte und damit von der Pres- sung der Zellstoffpappen unabhängig (Abb. 285). Es läßt einen unmittelbaren Schluß auf die Ausnutzbarkeit eines gegebenen Tauchpressen- raumes bei der Merzerisierung einer bestimmten Zellstoffsorte zu<sup>1</sup>.

$$\text{Dicken-Quellvolumen} = \frac{10000 \cdot b}{n \cdot G_q} \left[ \frac{\text{cm}^3}{\text{g}} \right];$$

$b$  = Dicke nach der Quellung [mm],

$n$  = Anzahl der Scheiben,

$G_q$  = Quadratmetergewicht des absolut trocknen Materials [g/m<sup>2</sup>].

### 3. Bogendichte und Porosität<sup>2</sup>.

Als *Bogendichte* wird das auf 1 mm Dicke bezogene Quadratmetergewicht der Zellstoffpappe bezeichnet.

Zur Bestimmung der Bogendichte wird zunächst an einem 1 dm<sup>2</sup>-Ab- schnitt die Dicke (20 Einzelmessungen) und dann das Gewicht im absolut trocknen Zustand ermittelt.

$$\text{Bogendichte} = \frac{G_q}{D};$$

$G_q$  = Quadratmetergewicht des absolut trocknen Stoffes [g/m<sup>2</sup>],

$D$  = Dicke [mm].

Die Bogendichte stellt den 1000- fachen Wert des Raumgewichts [g/cm<sup>3</sup> bzw. kg/dm<sup>3</sup>] dar. Aus der Bogendichte bzw. dem Raumgewicht und aus dem spezifischen Gewicht der Cellulose, das mit 1,50 angenommen werden kann (vgl.

<sup>1</sup> JAYME u. STEINMANN: Siehe S. 347, Fußnote 1. — Die von diesen Verfassern benutzte Methode weicht in einigen Einzelheiten von dem unter a beschriebenen Konventions- verfahren ab.

<sup>2</sup> FAK-Merkbl. 10; vgl. auch NOLL: Papierfabrikant 34 (1936) S. 25.

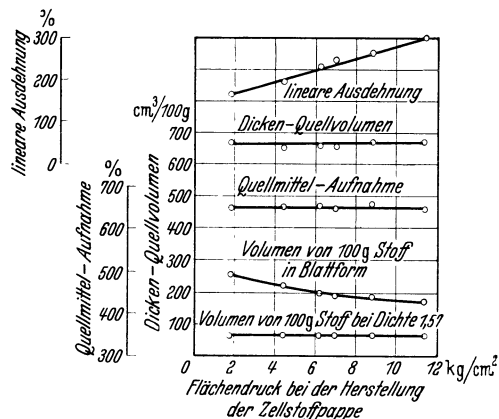


Abb. 285. Abhängigkeit der Quellungskriterien vom Naßpreßdruck bei der Herstellung der Zellstoffpappen. (Nach JAYME und STEINMANN.)

Zahlentafel 44.

Spezifisches Gewicht der Cellulose verschiedener Zellstoffe. (Nach A. NOLL.)

Art des Zellstoffs	Spezifisches Gewicht bei 20° C
Ungebleicht Fichte weich . .	1,502
Ungebleicht Fichte normal . .	1,499
Ungebleicht Fichte hart . .	1,501
Ungebleicht Kiefer normal . .	1,495
Gebleicht Fichte A . . . . .	1,505
Gebleicht Fichte B . . . . .	1,498
Gebleicht Fichte C . . . . .	1,499
Gebleicht Fichte D . . . . .	1,503
Gebleicht Fichte E . . . . .	1,505
Gebleicht Aspe I . . . . .	1,501
Durchschnitt . . . . .	1,501



Zahlentafel 44), lassen sich die Werte für das *Faservolumen* und das *Porenvolumen* (Porosität) errechnen. Unter *Faservolumen* ist der von der Fasersubstanz beanspruchte Raum zu verstehen, unter *Porenvolumen* oder *Porosität* der Luftraum des Blattgefüges.

$$\text{Faservolumen} = \frac{\text{Raumgewicht des absolut trocknen Stoffes}}{\text{spezifisches Gewicht der Cellulose}} \cdot 100 [\%];$$

$$\begin{aligned} \text{Porenvolumen (Porosität)} &= 100 - \text{Faservolumen} \\ &= 100 \left( 1 - \frac{\text{Raumgewicht des absolut trocknen Stoffes}}{\text{spezifisches Gewicht der Cellulose}} \right) [\%]. \end{aligned}$$

## VIII. Bestimmung der Viskosität von Zellstofflösungen.

**Allgemeines**<sup>1</sup>. Die Cellulose ist ein *makromolekularer* Körper mit *linearem* Bauprinzip, dessen Bauelemente, die Glukoseeinheiten, kettenförmig aneinandergereiht und durch Hauptvalenzkräfte verbunden sind. Die Molekülgröße ist nach STAUDINGER durch den *Polymerisationsgrad*, d. h. durch die Anzahl der in diesen „Ketten-“ oder „Fadenmolekülen“ gebundenen Glukosereste, gegeben. Die Moleküle der technischen Cellulosen (Zellstoffe, chemisch vorbehandelte Baumwolle, Linters usw.) sind nicht von einheitlicher Kettenlänge. Stets liegt ein Gemisch von Molekülen verschiedenen Polymerisationsgrades vor. Reihen von polymeren Stoffen gleicher chemischer Zusammensetzung, die sich nur durch verschiedenen Polymerisationsgrad unterscheiden, werden (ebenfalls nach STAUDINGER) *polymerhomologe Reihen* genannt.

Die Lösungen der Cellulose sind kolloider Natur; ihre Viskosität wird von der Größe der Makromoleküle beeinflusst, d. h. die Zähigkeit gleichkonzentrierter Lösungen nimmt mit steigendem Molekulargewicht zu. Ebenso stehen auch andere technisch wichtige physikalische Eigenschaften von Cellulosematerialien, insbesondere deren mechanische Festigkeit, mit der Molekülgröße in engem Zusammenhang<sup>2</sup>. Hydrolytische und oxydative Abbaureaktionen, die bei den Aufschluß-, Bleich-, Veredlungs-, Reife-, Veresterungs-, Verätherungsprozessen usw. zu einer gewollten oder unbeabsichtigten Abnahme der Molekülgröße führen, geben sich mit größerer oder geringerer Deutlichkeit auch in einem Viskositätsabfall zu erkennen. Zähigkeitsmessungen sind daher sowohl für die wissenschaftliche Erforschung der Cellulose und ihrer Derivate, als auch für die Herstellungs- und Lieferungskontrolle technischer Celluloseprodukte von größter Bedeutung.

Zur Durchführung von Viskositätsmessungen an Zellstoffproben, die in fester Form vorliegen, müssen diese zunächst gelöst werden. Dies kann entweder durch Dispergierung in Mitteln erfolgen, die Cellulose unmittelbar zu lösen vermögen, — vor allem ist hier Kupferoxydammoniak (SCHWEIZERs Reagens) zu nennen — oder das Material wird z. B. durch Veresterung (Xanthogenierung, Nitrierung, Acetylierung usw.) in ein Derivat umgewandelt, an dessen Lösungen in geeigneten Lösungsmitteln die Messung erfolgt.

<sup>1</sup> *Literaturhinweis* (siehe auch S. 283): STAUDINGER, H.: Die hochmolekularen organischen Verbindungen. Berlin 1932. — Organische Kolloidchemie. Braunschweig 1940. — Papierfabrikant **35** (1937) S. 233; sowie zahlreiche andere Veröffentlichungen von STAUDINGER und Mitarbeitern. — MARK, H.: Physik und Chemie der Cellulose. Berlin 1932. — FREUDENBERG, K.: Tannin, Zellulose, Lignin. Berlin 1932.

<sup>2</sup> Die mechanische Festigkeit der Fasern ist jedoch nicht nur von der Molekülgröße, sondern auch vom übermolekularen Feinbau (Orientierungsgrad der Kristallite, Packungsdichte), bei den natürlichen Fasern von der Wachstumsstruktur (Aufbau der Faserwandung aus Fibrillen und Lamellen) und der Anwesenheit anderer polymerer Kohlehydrate (Hemicellulosen) abhängig. Vgl. STAUDINGER u. JURISCH: Zellwolle, Kunstseide, Seide **44** (1939) S. 375.

Auf die Theorie der viskosimetrischen Meßverfahren und Geräte kann hier nicht näher eingegangen werden<sup>1</sup>. Es sei nur bemerkt, daß die Kapillarviskosimeter allgemeine Anwendung gefunden haben, daneben insbesondere für die Betriebskontrolle auch Kugelfallviskosimeter.

Das Meßergebnis wird entweder in den Einheiten des *absoluten Maßsystems* (cP = Centipoise oder mP = Millipoise) angegeben, oder, was vielfach noch üblich ist, als *relative Viskosität* ausgedrückt. Darunter wird das Verhältnis der Viskosität der untersuchten Lösung zu der einer Eichflüssigkeit — meist Wasser von 15° — verstanden<sup>2</sup>.

Da die gemessenen Viskositätswerte auch von der Beschaffenheit der verwendeten Kupferoxydammoniaklösung beeinflußt werden, sind für eine Definition des Ergebnisses Angaben über die Art der Herstellung und der Zusammensetzung (Kupfer- und Ammoniakgehalt usw.) notwendig.

Nachstehend werden aus der großen Zahl der vorgeschlagenen Methoden je zwei Konventionsverfahren zur Bestimmung der Viskosität in Kupferoxydammoniaklösung („Kupferammin-“, „Cuoxam-“, „Cu-Viskosität“) und der Xanthogenat-Viskosität („X-Viskosität“) wiedergegeben.

Die Cellulose ist in kupferammoniakalischer Lösung außerordentlich oxydationsempfindlich. Um einen das Ergebnis fälschenden Abbau während des Lösens und Messens zu vermeiden, ist bei genauen Untersuchungen unter Abschluß von Luftsauerstoff zu arbeiten. Dieser Forderung ist bei den unten beschriebenen Konventionsverfahren Rechnung getragen, wobei jedoch in Kauf zu nehmen ist, daß die benutzten Apparaturen kompliziert und bruchempfindlich sind, ein Nachteil, der sich insbesondere bei Betriebsuntersuchungen bemerkbar macht und das Bedürfnis nach einfacheren Methoden hervorgerufen hat<sup>3</sup>. Bei der von KÜNG<sup>4</sup> modifizierten Methode der Technical Association of the Pulp and Paper Industry wird zwar auch das Lösen unter Stickstoff vorgenommen; da aber das Viskosimeterrohr gleichzeitig als Lösegefäß dient, gestaltet sich die Durchführung der Bestimmung sehr einfach. Bei anderen Verfahren wird dem Celluloseabbau durch Zusatz von sauerstoffbindenden Mitteln entgegengewirkt, so z. B. durch metallisches Kupfer bei dem Verfahren von DOERING oder durch Natriumhydrosulfit bei dem Schnellverfahren von SCHÜTZ, KLAUDITZ und WINTERFELD<sup>5</sup>. Endlich gibt es Verfahren, die unter Verzicht auf besondere Genauigkeitsansprüche keine anderen Maßnahmen zur Vermeidung eines oxydativen Angriffs der Cellulose vorsehen, als einen möglichst kleinen Luftraum im Lösegefäß und schnelle Überführung der Lösung in das Viskosimeter. Hierzu rechnet beispielsweise ein von FABEL<sup>6</sup> vorgeschlagenes Verfahren.

Die mit verschiedenen Viskosimetereinrichtungen erhaltenen Ergebnisse sind nur vergleichbar, wenn sie im absoluten Maßsystem (Centi- oder Millipoise) wiedergegeben sind und an Lösungen gleichen Cellulose-, Kupfer- und Ammoniakgehaltes ermittelt wurden, wobei auch die Art und Menge der Zusätze (z. B. Traubenzucker) zu berücksichtigen sind.

<sup>1</sup> Vgl. E. HATSCHKE: Die Viskosität der Flüssigkeiten. Dresden 1929. — PHILIPPOFF, W.: Viskosität der Kolloide. Dresden u. Leipzig 1942.

<sup>2</sup> Vgl. DIN 1342 „Zähigkeit“.

<sup>3</sup> Bei einer von EGGERT angegebenen Versuchsanordnung wird ohne Verzicht auf das Arbeiten unter Luftabschluß eine wesentliche Vereinfachung der Messung durch übersichtlichen Zusammenbau der Cuoxam-Vorratsflasche (mit aufgesetzter automatischer Entnahmepipette) mit dem Lösegefäß und dem mit einem Wassermantel umgebenen Kapillarviskosimeter erreicht [EGGERT, J. W.: Zellwolle, Kunstseide und Seide **46** (1941) S. 127].

<sup>4</sup> KÜNG, A.: Papierfabrikant **35** (1927) S. 369. Vgl. hierzu Tappi Standards Blatt T 206 m. — Über eine andere Abänderung der Tappi-Methode siehe ENNEVARA, E.: Papp- och trävarutidskr. för Finland **19** (1937) S. 32.

<sup>5</sup> SCHÜTZ, F., W. KLAUDITZ u. P. WINTERFELD: Papierfabrikant **35** (1937) S. 117.

<sup>6</sup> FABEL, K.: Kunstseide **18** (1936) S. 5.

## 1. Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure<sup>1</sup>.

### Bestimmung der Kupferamminviskosität.

**Herstellung der Kupferoxydammoniaklösung.** In ein hohes, 1<sup>1</sup>/<sub>2</sub> Liter fassendes Absorptionsgefäß (Finkenerurm) gibt man reinstes Elektrolytkupfer von möglichst großer Oberfläche, am besten in Form von kleingeschnittenem Draht oder von Spänen, und füllt das Gefäß mit konzentriertem Ammoniak (Dichte = 0,910 = 25% ig) auf. Durch den unteren Tubus wird dann unter ständiger Eiskühlung ein lebhafter Luft- oder Sauerstoffstrom hindurchgeschickt, so daß die Löseflüssigkeit gleichzeitig gut durchgemischt wird. Die Flüssigkeit färbt sich bald dunkelblau und ist zuletzt nahezu undurchsichtig geworden, was nach etwa 20 bis 24 h erreicht ist. Von dem in geringem Maße abgeschiedenen schwarzen Kupferoxyd gießt man ab und ermittelt den Kupfergehalt durch Elektrolyse

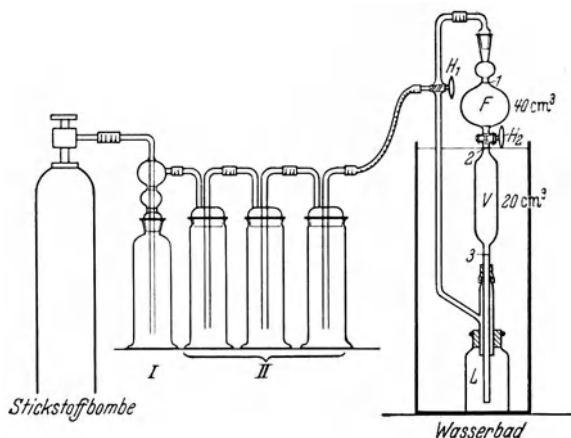


Abb. 286. Versuchsanordnung für die Bestimmung der Kupferamminviskosität nach der Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure.

in saurer Lösung und die Ammoniakkonzentration in der üblichen Weise durch Überdestillieren mit NaOH und Titration. Die Lösung enthält meist etwa 21 bis 22 g Kupfer und 200 bis 210 g Ammoniak im Liter und muß dann erst durch entsprechende Verdünnung auf einen Gehalt von genau 20 g Kupfer und 165 g ( $\pm 5$  g) Ammoniak eingestellt werden. Eine erforderliche Verstärkung des Ammoniakgehaltes läßt sich durch Begasung mit NH<sub>3</sub>, eine Verminderung mittels Durchleiten von gereinigtem Stickstoff leicht bewirken. Nachdem man zuletzt noch 33 g Saccharose<sup>2</sup> hinzugefügt hat, ist

die Lösung gebrauchsfertig. Sie wird in einer braunen Flasche unter Stickstoff und bei möglichst kühler Temperatur aufbewahrt.

**Reinigung des Stickstoffes** (Abb. 286). Das Gas wird einer Bombe entnommen und unter Zwischenschaltung einer Sicherheitsflasche (I) durch drei Waschflaschen (II) geleitet, die mit „Antizonlösung“ gefüllt sind; diese Lösung besteht aus:

150 g Natriumhydrosulfit (konzentriertes Pulver)
30 g Natriumhydroxyd
2 g Solutionssalz B <sup>3</sup>
1 g Anthrachinon-2-monosulfosaures Natrium <sup>4</sup>
817 g Wasser
1000 g

Hydrosulfit, Ätznatron und Solutionssalz werden zusammen in der Hauptmenge des Wassers gelöst, das Anthrachinonsalz in einem kleinen Teil heißen Wassers; dann werden beide Lösungen vereinigt und zu einem Kilogramm ergänzt.

<sup>1</sup> Nach FAK-Merkbl. 12 (Methode von A. NOLL und W. BELZ).

<sup>2</sup> Der Zusatz von Saccharose dient lediglich dem Zweck, die Viskosität der Zellstofflösung herabzusetzen und dadurch eine dem praktischen Gebrauch angepaßte kürzere Laufzeit im Viskosimeter zu erreichen.

<sup>3</sup> Solutionssalz B = Monobenzylanilin-p-sulfosaures Natrium (Benzylsulfanilsaures Natrium), von der I.G. Farbenindustrie AG. beziehbar.

<sup>4</sup> Von der I.G. Farbenindustrie AG. beziehbar.

Die fertige Lösung wird unter Stickstoff aufbewahrt. — Das anthrachinonmonosulfosaure Natrium bildet den *Indikator für die Erschöpfung der Lösung*: das durch alkalisches Hydrosulfit zu blutrotem Oxyanthranol reduzierte Anthrachinon wird allmählich wieder entfärbt. Durch den Zusatz von Solutionssalz B wird einem Ausfallen des roten Reduktionsproduktes begegnet.

**Durchführung der Messung** (Abb. 286). Von dem mit der Pulverraspel<sup>1</sup> zerkleinerten und durch ein Sieb von 2 mm Maschenweite geschlagenen lufttrocknen Zellstoff werden 0,53 g (= etwa 0,5 g abs. tr.) in einer Pulverflasche mit 100 cm<sup>3</sup> Wasser durchgeschüttelt, auf einer Glasfilternutsche abgesaugt, zweimal mit je 50 cm<sup>3</sup> 25%igem Ammoniak gewaschen und durch Abpressen auf ein Gewicht von 2,5 g gebracht<sup>2</sup>.

Alsdann gibt man den feuchten Zellstoffkuchen in das braune Lösegefäß (*L*) der Apparatur, die vorher 10 min lang mit Stickstoff ausgespült wird, und setzt schnell den Stopfen wieder auf. Die während des kurzen Öffnens etwa eingedrungene geringe Luftmenge wird durch weiteres kurzes Einleiten von Stickstoff ( $\frac{1}{2}$  min) wieder vollends entfernt. Hierauf wird der Absperrhahn geschlossen, der Schliff oberhalb der Füllkugel (*F*) geöffnet und der Vierwegehahn (*H*<sub>1</sub>) so gestellt, daß der Stickstoffstrom ins Freie tritt. Man mischt nun 2,5 cm<sup>3</sup> einer 10%igen Rongalitlösung<sup>3</sup> mit 5 cm<sup>3</sup> einer 5%igen Natronlauge (mit Pipette abzumessen) und läßt das Gemisch durch die obere Kugel in das Lösegefäß fließen, indem man nach dem Schließen des Glasschliffes den Vierwegehahn so stellt, daß die gesamte Apparatur nunmehr in sich abgeschlossen ist. Dann öffnet man den Absperrhahn (*H*<sub>2</sub>) unterhalb der Füllkugel. Um eine gute Verteilung des Fasermaterials zu erreichen, wird das Lösegefäß kurz geschüttelt. Nach Schließen des Absperrhahns öffnet man den Schliff oberhalb der Füllkugel und füllt dieselbe bis zur Marke (40 cm<sup>3</sup>) mit der Kupferlösung. Darauf schließt man den Schliff wieder, läßt die Lösung durch Öffnen des Absperrhahnes *H*<sub>1</sub> innerhalb  $\frac{1}{2}$  min in das Lösegefäß fließen und schüttelt sofort, indem man den hierbei nur locker an einem Stativ befestigten Apparat mit der einen Hand oben festhält und mit der anderen die Schüttelbewegung ausführt. Der Stoff löst sich meist schon nach wenigen Schüttelbewegungen, so daß der Lösevorgang in etwa  $\frac{1}{2}$  min beendet ist. Nun wird die Apparatur in ein Wasserbad (20°) gebracht, nach etwa 8 min (Temperaturausgleich) wieder herausgenommen und nochmals gut geschüttelt, um dann endgültig zur Viskositätsmessung ins Wasserbad gestellt zu werden. Das Viskosimeter wird soweit heruntergeschoben, daß das Kapillarrohr genügend tief in der Lösung steht, und letztere dann durch entsprechende Verstellung des Vierwegehahnes in das eigentliche Viskosimeter hochgedrückt. Wenn der Flüssigkeitsspiegel den Absperrhahn erreicht hat, wird die Apparatur wieder in sich geschlossen und das Viskosimeterrohr etwa 3 cm über die Flüssigkeit im Lösegefäß hochgezogen. Die zum Durchfluß des 20 cm<sup>3</sup> fassenden Meßgefäßes benötigte Zeit wird in Sekunden angegeben.

Während 10 min nach dem Lösen des Zellstoffes noch nicht ganz konstante Werte erhalten werden, ist nach längstens 30 min kein Absinken der Viskosität mehr zu befürchten, weshalb die nach Ablauf dieser Zeit festgestellten Werte anzugeben sind.

Die Berechnung der K-Viskosität ist folgende:

$$\text{Kupferamminviskosität} = \frac{\text{Ausflußzeit der Zellstofflösung}}{\text{Ausflußzeit von Wasser}}$$

<sup>1</sup> Siehe S. 367.

<sup>2</sup> Ist eine Pulverraspel nicht vorhanden, kann auch von einem lose geschöpften Blatt ausgegangen werden. Von diesem Blatt wird eine Probe fein gezupft und dann in gleicher Weise wie für das Pulver angegeben weiterbehandelt.

<sup>3</sup> Rongalit C (= Natriumformaldehydsulfoxylat) dient als Stabilisator.

Der bei 20° festgestellte Wasserwert soll genau 12 s betragen. Die Angabe erfolgt in ganzen Zahlen. — Die Fehlergrenze der Methode beträgt etwa  $\pm 1\%$ .

## 2. Konventionsverfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern<sup>1</sup>.

**Prinzip der Methode.** Es wird die Viskosität einer Zellstofflösung gemessen, die durch Auflösen von 1 g Zellstoff (abs. trock. ged.) in 100 cm<sup>3</sup> Cuoxamlösung unter Ausschluß von Luftsauerstoff erhalten wird. Die mit einem Kapillarviskosimeter bestimmte Ausflußzeit wird in Millipoise umgerechnet und als „Kupferviskosität“ angegeben.

**Zusammensetzung, Herstellung und Analyse der Couxamlösung.** Die Lösung enthält im Liter:

NH <sub>3</sub> . . . . .	200 ± 1 g,
Cu . . . . .	13 ± 0,1 g,
Traubenzucker . . . . .	1,0 g.

Das in der Lösung enthaltene Kupferoxyd ist entsprechend der untenstehenden Analysenvorschrift als NH<sub>3</sub> mitberechnet.

265 g CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O werden in 5 Liter Wasser gelöst; aus der siedend-heißen Lösung wird das basische Kupfersalz CuSO<sub>4</sub> · 3CuO mit der theoretischen Menge Ammoniak (z. B. 540 cm<sup>3</sup> 25,0 vol.-%iger Ammoniaklösung) gefällt. Durch Dekantieren wird das basische Salz unter Vermeidung von Verlusten gewaschen, bis das Waschwasser praktisch frei von SO<sub>4</sub>-Ionen ist. Den Niederschlag läßt man auf etwa 1000 cm<sup>3</sup> absitzen, hebert die überstehende Flüssigkeit möglichst vollständig ab und bringt die Salzsuspension in einen 5-Liter-Meßkolben, dem weiterhin 4 Liter 25%iges Ammoniakwasser und 5,0 g reiner Traubenzucker zugesetzt werden. Der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

Zur Kontrolle des Ansatzes, der gemäß der Analyse unter Umständen noch etwas korrigiert werden muß, werden 50 cm<sup>3</sup> Lösung auf 500 cm<sup>3</sup> verdünnt und davon 25 cm<sup>3</sup> mit 1/1 n-HCl titriert (Methylorange). Der HCl-Verbrauch wird auf NH<sub>3</sub> umgerechnet, so daß das basische Kupfer als NH<sub>3</sub> mitberechnet wird. Ein etwaiger Überschuß von Ammoniak im Ansatz wird in eine Vorlage abgesaugt, welche die dem Überschuß äquivalente Menge Salzsäure und etwas Methylorange enthält. Das Kupfer wird in 100 cm<sup>3</sup> der zur NH<sub>3</sub>-Bestimmung verdünnten Lösung oder auch in 10 cm<sup>3</sup> der Cuoxamlösung titrimetrisch bestimmt, nachdem vorher das NH<sub>3</sub> durch Eindampfen entfernt und der Rückstand in verdünnter Schwefelsäure wieder aufgelöst worden ist. Es werden 0,2 g Jodkalium und anschließend 50 cm<sup>3</sup> 25%ige Salzsäure unter Kühlung zugesetzt, weiterhin 20 cm<sup>3</sup> 10%ige Rhodankaliumlösung, worauf das freie Jod mit n/10-Thiosulfatlösung titriert wird.

Der SO<sub>4</sub>-Gehalt, der theoretisch 0,51% beträgt, wird in 200 cm<sup>3</sup> der verdünnten Lösung bestimmt. Nach Zusatz von 5 cm<sup>3</sup> 5%iger NaOH wird zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird mit heißem Wasser aufgenommen und das Kupferoxyd abfiltriert. Im salzsauren Filtrat wird das quantitativ aus dem Filter ausgewaschene SO<sub>4</sub> mit BaCl<sub>2</sub> gefällt.

**Vorbereitung des Zellstoffes.** Der von Hand in kleine Stücke gerissene Stoff wird in einem Stutzen mit destilliertem Wasser in etwa 1%iger Stoffdichte mit einem schnellaufenden Elektrorührer (U = 1700 bis 2000/min) so lange aufgeschlagen, bis man eine gleichmäßige noppenfreie Faseraufschwemmung erhält (Zeitdauer etwa 20 bis 30 min). Die Fasern werden entweder auf einem BÜCHNERtrichter mit untergelegtem Filtrierpapier oder einer Glasfilternutsche möglichst locker abgesaugt. Der nicht zu dicke Zellstoffkuchen wird bei 50 bis 55° im Trockenschrank getrocknet und von Hand zu einer lockeren Fasermasse zerrieben.

Nachdem der Zellstoff im Wägeraum mindestens 1 h an der Luft in dünner Schicht ausgelegt worden ist, wird er in eine Weithals-Glasstopfenflasche gebracht und eine Probe davon einer Trockenbestimmung bei 110° unterworfen.

<sup>1</sup> Nach dem von der Fachgruppe herausgegebenen Merkblatt „Zst 4“ (Ausgabe November 1942).

**Durchführung der Bestimmung.** Nachdem die Apparatur (Abb. 287 u. 288) mit Hilfe der Vakuumleitung (s. unten) luftleer gemacht ist, wird von dem lufttrockenen Zellstoff 1 g (abs. trock. gedacht) in die als Lösegefäß verwendete braune Pulverflasche (7) (Inhalt etwa 250 cm<sup>3</sup>) gebracht. Die Flasche ist mit einem Tulpenaufsatz verschlossen, der mit einem großlumigen Hahn versehen ist. Sie wird an den Gummistopfen des unteren Endes der nach unten geöffneten, nach oben geschlossenen Pipette (6) gesteckt und durch wechselseitiges Öffnen und Schließen der davon rechts und links befindlichen Hähne abwechselnd evakuiert und mit Stickstoff gefüllt. Nachdem etwas Unterdruck eingestellt ist, wird die Pipette mit Hilfe des Dreiwegehahns (6a) von der darunter hängenden Tulpenflasche abgeschlossen. Gleichzeitig öffnet sich hierbei die Cuoxamzuleitung von Flasche (5), die unter Stickstoffüberdruck gehalten wird. Wenn die Pipette, die vom Hahn (6a) bis zur Marke 100 cm<sup>3</sup> faßt, gefüllt ist, wird sie durch Drehen des Hahnes (6a) und Öffnen des oberen Hahnes durch die Tulpe in die Löseflasche entleert; diese erhält dabei zum Schutz gegen eindringende Luft ebenfalls Stickstoffüberdruck. Dann wird der große Hahn geschlossen, die Lösetlasche vom oberen Gummistopfen abgenommen und zur Beschleunigung des Auflösevorgangs geschwenkt oder auf einer geeigneten Apparatur geschüttelt.

Die Einhaltung einer bestimmten Lösezeit ist nicht erforderlich, da die Viskosität der vor Licht und Luft geschützten Lösung sich innerhalb eines größeren Zeitraumes nicht ändert.

Wenn sich die Probe vollkommen gelöst hat, wird das Tulpenstück auf das Zwischenstück (10) gesteckt und durch wechselseitiges Schließen der rechts und links befindlichen Hähne der Sauerstoff aus der Tulpe entfernt. Erst wenn dies geschehen ist, wird der große Hahn geöffnet und das Steigrohr des Zwischenstückes durch den Hahn bis auf den Flaschenboden geschoben, wobei Glyzerin als Gleitmittel dient.

Nun schiebt man das Aggregat auf das Einfüllrohr der Kapillarpipette, wobei das untere Ende durch einen Quetschhahn verschlossen wird und entfernt die Luft aus der Pipette, indem man den Dreiwegehahn abwechselnd in Richtung (a) und (b) stellt, wodurch die Apparatur an Vakuum bzw. Stickstoff angeschlossen wird. Dann drückt man die Celluloselösung mit Stickstoffdruck bei linksseitiger Hahnöffnung des Zwischenstückes (10) in die Pipette ein, indem man den

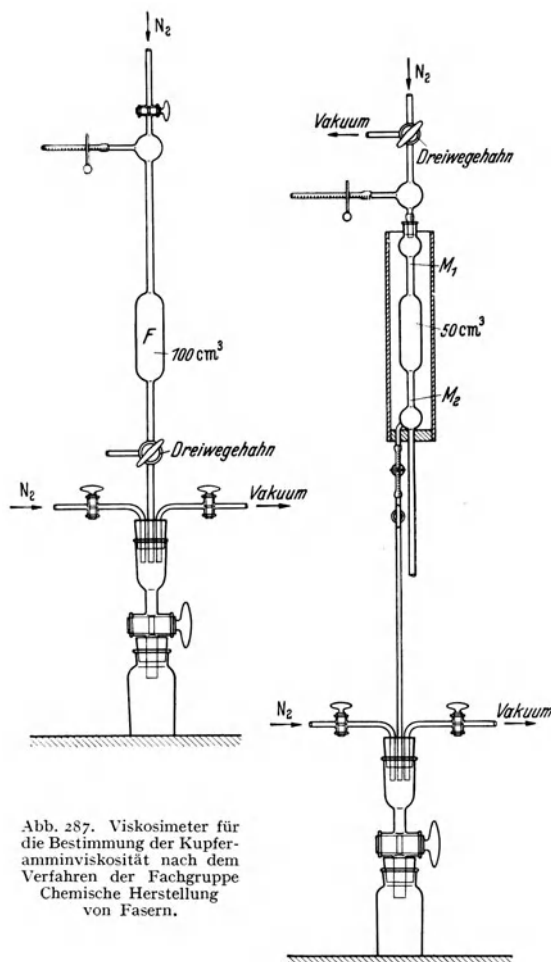


Abb. 287. Viskosimeter für die Bestimmung der Kupferamminviskosität nach dem Verfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern.

Gasdruck der Pipette langsam mit Hilfe des Quetschhahns vermindert. Nachdem die gefüllte Pipette 10 min durch das Wasserbad temperiert wurde ( $20^{\circ}$ ), wird der Quetschhahn des seitlichen Ansatzstückes (11) geöffnet, durch den Glasaufsatz Stickstoff geleitet (ohne im Viskosimeter Druck entstehen zu lassen) und durch Abziehen des Schlauchstückes am unteren Ende der Kapillare die Celluloselösung zum Ausfließen gebracht, wobei die Zeit ( $t$ ) von Marke zu Marke mit der Stoppuhr in Sekunden gemessen wird.

Die Ausführung der Analyse erfordert einige Übung im Gebrauch der Apparatur, ist dann aber sehr einfach. Die Fehlergrenze beträgt  $\pm 2\%$ .

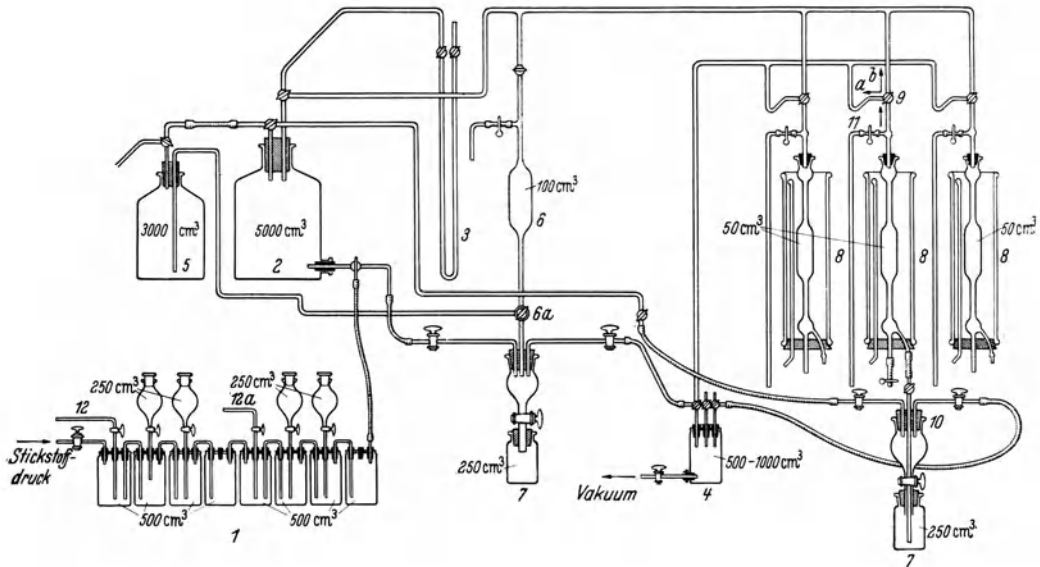


Abb. 288. Versuchsanordnung bei der Bestimmung der Kupferamminviskosität nach dem Verfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern.

**Berechnung des Ergebnisses.** Die Viskosität  $\eta$  ergibt sich aus dem Viskosimeterfaktor  $f$  und der gemessenen Ausflußzeit  $t$  (s) in Millipoise (mP):

$$\eta = t \cdot f \quad [\text{mP}].$$

**Reinigung des Stickstoffes.** Der Stickstoff wird einer Bombe über ein Reduzierventil entnommen und tritt durch die Absorptionsbatterie (1) in die Apparatur ein, die vor Beginn der Bestimmung mit Hilfe der an der WULFFSchen Flasche (4) angeschlossenen Vakuumleitung luftleer gemacht wird. Die Flasche (2) dient hierbei als Stickstoffreservoir. Die Veränderungen des Innendruckes werden am Manometer (3) beobachtet.

Für die Absorption des Sauerstoffs aus dem Stickstoff dient eine alkalische Natriumhyposulfitlösung folgender Zusammensetzung:

Lösung A	{	. . . . .	4000 cm <sup>3</sup>	Wasser
		. . . . .	333 g	Natriumhyposulfit
Lösung B	{	. . . . .	1000 cm <sup>3</sup>	Wasser
		. . . . .	430 g	Kaliumhydroxyd

Die Lösungen A und B werden getrennt hergestellt und innerhalb der Absorptionsgefäße unter Stickstoff gemischt, ohne die Batterie auseinander zu bauen. Man saugt die verbrauchte Flüssigkeit der beiden hintereinander geschalteten Teilbatterien durch die Hähne (12) und (13) ab und führt dann unter Abschluß von Luftsauerstoff zuerst die Lösung A und dann B durch den Tropftrichter zu.

**Ermittlung des Viskosimeterfaktors.** Die Eichung der Viskosimeter, deren kapillarer Teil 200 mm lang und deren Durchmesser je nach dem Meßgebiet verschieden gewählt wird, erfolgt mit Hilfe von viskosen Flüssigkeiten wie z. B. Glykol, Glycerin-Wasser-Gemischen, Dibuthylphthalat. Die Viskosität der Eichflüssigkeiten wird bei 20° mit Hilfe eines HÖPPLER-Viskosimeters nachgeprüft; die Ausflußzeit darf für die zu eichende Kapillare nicht weniger als 150 s betragen.

Der gesuchte Kapillarfaktor  $f$  ergibt sich nach der Formel:

$$f = 0,94 \cdot \frac{\eta}{s \cdot t};$$

$\eta$  = Viskosität der Eichflüssigkeit (mP),  
 $s$  = spezifisches Gewicht der Eichflüssigkeit (bei 20° bestimmt),  
 $t$  = Ausflußzeit der Eichflüssigkeit.

Der Faktor 0,94 ist das spezifische Gewicht der Cuoxamlösung (bei 20°).

*Berechnungsbeispiel* für Dibuthylphthalat als Eichflüssigkeit:

$$\begin{array}{l} \eta = 204, \\ s = 1,049, \\ t = 155 \text{ s,} \end{array} \quad f = 0,94 \cdot \frac{204}{1,049 \cdot 155} = 1,179.$$

Erfahrungsgemäß besteht zwischen Kapillarfaktor und Kapillardurchmesser ungefähr folgende Beziehung:

Faktor	Kapillardurchmesser
1	etwa 2,0 mm
2	etwa 2,4 mm

Im Prinzip kann man mit einem einzigen Viskosimeter auskommen, dessen Kapillargröße dadurch festgelegt wird, daß es bei dem zu messenden niedrigstviskosen Zellstoff keine geringere Ausflußzeit als 150 s zeigt. Praktisch arbeitet man aber mit 2 oder mehreren Viskosimetern, die sich bei verschiedenem Durchmesser der Kapillaren stufenweise aneinanderreihen. Dadurch kann man bei der Prüfung höherviskoser Zellstoffe allzulange Ausflußzeiten umgehen. Durch Hinzunahme noch engerer Kapillaren läßt sich das Meßgebiet auch in Richtung niedrigerer Teilchengröße erweitern. Hierdurch kann z. B. die Messung von reifen Alkalicellulosen, von Kunstseiden, Zellwollen und sogar die Messung des reinen Lösungsmittels diesem System angeschlossen werden. Dabei wird zur Vermeidung von Turbulenz die Weite jeder Kapillare stets so gewählt, dass die niedrigstviskose Lösung eine Ausflußzeit von nicht unter 150 s zeigt.

**Berechnung des Polymerisationsgrades<sup>1</sup>.** Erweitert man den Kapillarensatz so weit in das Gebiet niedrigerer Viskosität, daß man auch die Viskosität des reinen Cuoxam einwandfrei bestimmen kann, so besteht die Möglichkeit, die Kupferviskosität mit für viele Zwecke hinreichender Annäherung in den STAUDINGERSchen Polymerisationsgrad umzurechnen. Unter Heranziehung einer Viskositätskonzentrationsformel von BREDÉE und DE BOOYS<sup>2</sup> und Korrektur des Faktors auf die STAUDINGERSchen Versuchsbedingungen erhält man den Ausdruck:

$$P = 1280 \cdot \left( \sqrt[6]{\frac{\eta}{\eta_0} - 1} \right).$$

Hierbei ist  $\eta$  die gemessene Kupferviskosität und  $\eta_0$  die Viskosität des Lösungsmittels,  $P$  der Polymerisationsgrad.

### Bestimmung der Xanthogenat-Viskosität.

#### 1. Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure<sup>3</sup>.

5 g lufttrockner, grob geraspelter Zellstoff werden in einem Duranglasbecher mit 25 cm<sup>3</sup> 17,5 vol.-%iger Natronlauge von genau 20° versetzt, mit einem

<sup>1</sup> Siehe S. 359.      <sup>2</sup> BREDÉE u. DE BOOYS: Kolloid-Z. **79** (1937) S. 31.

<sup>3</sup> Nach FAK-Merkbl. 11 (Methode der Zellstofffabrik Waldhof). — Ein älteres Verfahren wird von KÜNG und SEGER [Papierfabrikant **27** (1929) S. 433] beschrieben. — Vgl. auch ÖMAN: Papierfabrikant **26** (1928) S. 770.



abgeflachten Glasstab gut durchgemischt und 1 h bei dieser Temperatur belassen. Die Alkalicellulose wird sodann in eine auf einem graduierten Saugzylinder befestigte feingelochte Spezialnutsche (Abb. 289) gegeben und mit einem Glasstab gleichmäßig ohne Pressung des Kuchens verteilt. Die Lauge wird zunächst schwach abgesaugt und nochmals auf den Stoffkuchen zurückgegeben. Der Stoffkuchen wird nun leicht angedrückt und, nachdem der größte Teil der Lauge abgesaugt ist, mit einer Glasflasche mit flachem Boden stärker gepreßt. Das Absaugen der Lauge erfolgt während genau 10 min. Die dabei anfallende Menge an Preßblauge (gewöhnlich zwischen 11,5 und 12,5 cm<sup>3</sup>) wird an der Skala des Saugzylinders abgelesen und notiert. Der Preßkuchen wird sodann mit einem Nickelspatel gut zerkleinert, in eine Pulverflasche mit genau eingeschliffenem Glasstopfen (Inhalt 200 cm<sup>3</sup>) gegeben und bleibt in der geschlossenen Flasche 22 h bei genau 30° C im Brutschrank stehen (Vorreife).



Abb. 289. Nutsche für die Filtration und das Abpressen der Alkalicellulose bei der Bestimmung der Xanthogenatviskosität nach dem Verfahren des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure.

Nach Ablauf dieser Zeit läßt man die Flasche 5 min bei Zimmertemperatur stehen, setzt dann zwecks Sulfidierung 3,6 cm<sup>3</sup> Schwefelkohlenstoff (= 4,6 g) zu und behandelt die Alkalicellulose damit 4<sup>3</sup>/<sub>4</sub> h unter öfterem Schütteln bei 15° C. Dabei steht die geschlossene Sulfidierflasche in einem genau auf 15° C gehaltenen Wasserbad. Die Flasche wird etwa alle Viertelstunden einmal herausgenommen und die Masse durch kurzes Aufschlagen der Flasche auf die innere Handfläche durcheinandergeschüttelt. Nach dieser Zeit wird der überschüssige Schwefelkohlenstoff durch Absaugen (Anschließen der Sulfidierflasche an die Luftpumpe) entfernt. Man versetzt dann die sulfidierte Masse mit 17,5 vol.-%iger Natronlauge, und zwar mit 2 cm<sup>3</sup> mehr als vorher abgepreßt wurden. Ferner wird noch Wasser bis zum Gesamtvolumen von etwa 120 cm<sup>3</sup> zugegeben, die Flasche verschlossen und 2 h auf einer mit Wasserkühlung versehenen Schüttelmaschine (bei 20 bis 22° C) bis zur vollständigen Auflösung der Masse geschüttelt.

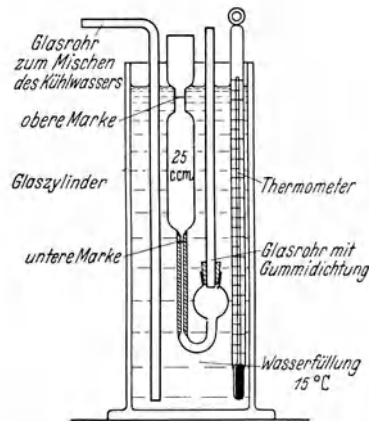


Abb. 290. Versuchsanordnung bei der Bestimmung der Xanthogenatviskosität nach der Methode des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure.

Darauf spült man die gelöste Viskose quantitativ mit gekühltem Wasser in einen 500 cm<sup>3</sup>-Meßkolben, füllt bei 15° C zur Marke auf und bestimmt sofort bei genau 15° C die Viskosität in der so erhaltenen 1%igen Lösung mit dem Ostschenschen Viskosimeter, indem man den Wasserwert des Instrumentes gleich 1 setzt.

Berechnung:

Xanthogenat-

$$\text{viskosität} = \frac{\text{Auslaufzeit der Viskose (s)}}{\text{Auslaufzeit von Wasser (s)}}$$

Die Auslaufzeit für Wasser (Wasserwert) ist ebenfalls bei genau 15° zu bestimmen.

Es ist darauf zu achten, daß die Lösung frei von Luftblasen ist. Dies wird am besten dadurch erreicht, daß man etwa 100 cm<sup>3</sup> Viskose in einen ERLNMEYER-Kolben gibt, die Temperatur nochmals einstellt und die Lösung vorsichtig in das (auf 15° C) gekühlte Viskosimeter gießt, wobei man das Steigrohr mit dem Finger verschließt. Schließlich überzeugt man sich, daß sich am Ende der Kapillare keine Luftblase befindet. Sollte das der Fall sein, so muß diese durch leichtes Schwenken des Viskosimeters beseitigt werden. Besonders ist darauf zu achten, daß das Viskosimeter stets mit der gleichen Flüssigkeitsmenge gefüllt wird. Abb. 290 veranschaulicht die Versuchsanordnung.

Der Wasserwert des Viskosimeters soll etwa 27 bis 30 s betragen. Das Viskosimeter, dessen Rauminhalt zwischen den beiden Strichmarken 25 cm<sup>3</sup> beträgt, steht in einem mit genau auf 15° C temperiertem Wasser gefüllten Glaszylinder. Ein Glasrohr zum Durchblasen von Luft erleichtert die Mischung der Kühlflüssigkeit. Durch Einwerfen kleiner Eisstückchen bzw. durch Zugabe von etwas warmem Wasser wird die Badtemperatur auf genau 15° C reguliert.

Es wird besonders darauf hingewiesen, daß für die Bestimmung der „X-Viskosität“ nur reinstes *eisenfreies* Natriumhydroxyd verwendet werden darf.

Da es sich um eine Konventionsmethode handelt, sind alle Einzelheiten der Vorschrift genauestens zu beobachten, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Die Fehlergrenze der Methode beträgt  $\pm 3\%$ .

## 2. Methode der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern<sup>1</sup>.

Die Bestimmung der Viskosität wird an einer Viskose genormter Zusammensetzung (7,9 bis 8,1% Cellulose und 6,9 bis 7,1% Alkali) nach der Kugelfallmethode ausgeführt. Bei der Herstellung der Viskose wird nach der Arbeitsvorschrift verfahren, die für die Bestimmung der Filtrationskonstanten (s. S. 363 f.) festgesetzt ist, mit dem Unterschied, daß sich die Dauer der Vorreife nach der Viskosität des Zellstoffes richtet, und zwar läßt man die Alkalicellulose bei:

niedrigviskosen Zellstoffen . . . . .	35 h
normalviskosen Zellstoffen . . . . .	55 h
hochviskosen Zellstoffen . . . . .	75 h

in einem Wasserthermostaten bei 20° vorreifen.

Die Viskositätsmessung wird nach Beendigung der Nachreife viermal nacheinander in möglichst kurzer Zeit ausgeführt. Hierbei sind folgende Bedingungen einzuhalten:

Durchmesser der Stahlkugeln . . . . .	3,160 $\pm$ 0,005 mm ( $\frac{1}{8}$ “)
Gewicht der Stahlkugeln . . . . .	129 bis 131 mg
Fallhöhe der Kugeln . . . . .	200 mm
Temperatur . . . . .	20°

## IX. Bestimmung des Polymerisationsgrades von Zellstoffen.

**Allgemeines.** Wie auf S. 283 erwähnt, werden wesentliche physikalische Eigenschaften der Cellulosematerialien, wie z. B. die mechanische Festigkeit, von der Molekülgröße der Cellulose beeinflußt. Es ist daher verständlich, daß durch die Angabe des Molekulargewichtes bzw. des Polymerisationsgrades die Charakterisierung der technischen Celluloseprodukte eine wesentliche Erweiterung erfährt. Eine Bestimmung dieser Größen ist auf viskosimetrischem Wege auf Grund des von STAUDINGER<sup>2</sup> gefundenen einfachen Proportionalitätsgesetzes möglich, das die Beziehung zwischen dem Molekulargewicht fadenförmiger, langgestreckter Moleküle und der spezifischen Viskosität<sup>3</sup> beschreibt:

$$\frac{\eta_{sp}}{c_{gm}} = K_m \cdot M;$$

$\eta_{sp}$  = spezifische Viskosität,

$c_{gm}$  = Konzentration der grundmolaren Lösung,

$K_m$  = Konstante,

$M$  = Molekulargewicht.

Die Gleichung besagt, daß das Molekulargewicht der Cellulose seiner spezifischen Viskosität in einer grundmolaren Lösung<sup>3</sup> linear proportional ist. Der

<sup>1</sup> Nach dem von der Fachgruppe herausgegebenen Merkblatt „Zst 5“ (Ausgabe November 1942).

<sup>2</sup> Vgl. die Literaturhinweise auf S. 350, Fußnote 1.

<sup>3</sup> Als *spezifische Viskosität* wird die Viskositätserhöhung bezeichnet, die eine bestimmte Menge des gelösten Stoffes in einem bestimmten Volumen des Lösungsmittels hervorruft. Unter *grundmolar* wird die Konzentration einer Lösung verstanden, die eine dem Molekulargewicht der Grundsubstanz entsprechende Menge des polymeren Stoffes enthält. Im Falle der Celluloselösungen beträgt diese Konzentration demnach 162 g, das ist das Molekulargewicht der Glucose.

Proportionalitätsfaktor  $K_m$  ist für alle Glieder einer polymerhomologen Reihe konstant, also sowohl für die hochmolekularen als auch für die niedermolekularen.

Zahlentafel 45. Höchstleinwaage an Cellulose (g) bei der Polymerisationsgradbestimmung.

Polymerisationsgrad	Für 50 ccm-Meßkolben	Für 100 ccm-Meßkolben
100	0,235	0,470
150	0,155	0,310
200	0,115	0,230
250	0,092	0,188
300	0,078	0,156
350	0,067	0,134
400	0,058	0,116
450	0,052	0,104
500	0,047	0,094
550	0,043	0,085
600	0,039	0,078
650	0,036	0,072
700	0,0335	0,067
750	0,0310	0,062
800	0,0290	0,058
850	0,0275	0,055
900	0,0260	0,052
950	0,0245	0,049
1000	0,0235	0,047
1050	0,0220	0,044
1100	0,0210	0,042
1150	0,0200	0,040
1200	0,0195	0,039
1250	0,0185	0,037
1300	0,0180	0,036
1400	0,01658	0,033
1500	0,0155	0,031
1600	0,0145	0,029

Bei Lösungen von Cellulose in Kupferoxydammoniak beträgt die Konstante  $5 \cdot 10^{-4}$ .

Die STAUDINGERSCHE Beziehung ist nur im Gebiet niedrigviskoser Lösungen, den sog. Sol-Lösungen, gültig, deren relative Viskosität den Wert von 1,2 nicht überschreitet<sup>1</sup>. Dies ist bei der Herstellung der Celluloselösung zu berücksichtigen.

**Polymolekularität.** Da die technischen Cellulosen aus Molekülen verschiedener Kettenlänge bestehen, führt die Molekulargewichtsbestimmung nur zu einem *Durchschnittswert* für den Polymerisationsgrad. Einen tieferen Einblick vermittelt die Molekulargewichtsbestimmung an Fraktionen, die aus dem unter Einhaltung möglichst schonender Arbeitsbedingungen nitrierten und in organischen Lösungsmitteln gelösten Versuchsmaterial durch stufenweise Fällung mit Wasser<sup>2</sup> oder durch selektive Auslösung einzelner polymerhomologer Anteile aus dem Nitrat mit Gemischen organischer Lösungsmitteln<sup>3</sup> oder schließlich aus dem ursprünglichen Material durch Extraktion mit Phosphorsäure steigender Konzentration<sup>4</sup> erhalten werden. Man kommt auf diese Weise zu einem Urteil über Art und Grad der *Polymermolekularität*, d. h. der Verteilung der Molekülgrößen in der Cellulose, von der nach SCHIEBER<sup>5</sup> die Güte der künstlichen Fasern wesentlich beeinflusst wird.

Nachstehend ist die Bestimmung des Polymerisationsgrades nach dem Konventionsverfahren der *Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern* wiedergegeben.

#### Polymerisationsgradbestimmung nach STAUDINGER. Abgeändertes Verfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern<sup>6</sup>.

**Einwaage.** Da das STAUDINGERSCHE Proportionalitätsgesetz nur für das Gebiet niedriger Konzentrationen mit ausreichender Genauigkeit erfüllt ist, muß sich die Einwaage nach dem zu erwartenden Polymerisationsgrad richten (s. Zahlentafel 45).

<sup>1</sup> In höherviskosen Lösungen steigt die Viskosität infolge gegenseitiger Behinderung der Moleküle überproportional mit der Konzentration an. — In zu verdünnten Lösungen (relative Viskosität kleiner als 1,05) treten wegen der zu geringen Viskositätssteigerung die Versuchsfehler sehr in Erscheinung.

<sup>2</sup> STAUDINGER, H. u. O. SCHWEITZER: Ber. dtsch. chem. Ges. **63** (1930) 3132. — SCHULZ, G. V.: Z. physik. Chem. Abt. B **30** (1935) 379 u. **32** (1936) 27.

<sup>3</sup> Bei einem von DOLMETSCH und REINECKE ausgearbeiteten Verfahren wird die Nitrocellulose mit Alkohol-Essigestergemischen, deren Esteranteil ständig zunimmt, ausgezogen [Zellwolle und Dtsch. Kunstseidenztg. **5** (1939) 219 u. 299]. — Über eine Fraktionierung mit Kupferoxydammoniaklösungen steigender Konzentration s. KUMICHEL [Papierfabrikant **36** (1938) S. 497].

<sup>4</sup> ALF AF EKENSTAM: Svensk Papperstidn. **45** (1942) S. 81.

<sup>5</sup> SCHIEBER: Papierfabrikant **37** (1939) S. 245.

<sup>6</sup> Nach dem von der Fachgruppe herausgegebenen Blatt „FChem. 2“ (Ausgabe März 1940). — Das Originalverfahren von STAUDINGER ist beschrieben von LOTTERMOSER und WULSCH in Kolloid-Z. **83** (1930) S. 180. — Eine andere Arbeitsvorschrift wurde von W. ZIMMERMANN mitgeteilt [Melliand Textilber. **13** (1942) Nr. 2, S. 73].

Ergibt sich bei der Messung die Differenz aus der Durchlaufzeit der Lösung und des Lösungsmittels ( $\eta - \eta_0$ ) höher oder niedriger als 45 bis 50 s, so war die Einwaage zu groß bzw. zu klein. In diesem Falle ist die Bestimmung zu wiederholen, wobei der neuen Einwaage der aus der ersten Messung ermittelte angenäherte Polymerisationsgrad zugrunde gelegt wird.

Die Zellstoffprobe wird 24 h bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit und 20° ausgelegt und dann eingewogen. Gleichzeitig wird eine Trockengehaltsbestimmung angesetzt. Feuchte Proben werden vorher (bei Temperaturen unter 70°) getrocknet.

**Auflösen des Zellstoffes.** Von der so vorbereiteten Probe wird die sich aus der Zahlentafel 45 ergebende Menge in einen braunen 50 cm<sup>3</sup>- oder 100 cm<sup>3</sup>-Meßkolben eingewogen. Zur Vermeidung eines oxydativen Abbaues der Cellulose wird etwa 0,05 bis 0,1 g Kupferchlorür<sup>1</sup> hinzugefügt. Weiter wird der 50 cm<sup>3</sup>-Kolben mit 0,5 g, der 100 cm<sup>3</sup>-Kolben mit 1,0 g Kupferhydroxyd beschickt. Das Kupferhydroxyd muß glatt in Ammoniak löslich sein und wird am besten nach der unten angeführten Vorschrift hergestellt. Sodann wird der Kolben bis zur Marke mit etwa 20- bis 24%iger wäßriger Ammoniaklösung aufgefüllt und mit dem im oberen Teil leicht eingefetteten Schliffstopfen verschlossen. Der Stopfen wird durch um den ganzen Kolben herumgelegte Gummibänder oder durch eine Klammer gesichert. Zur schnellen Lösung der Cellulose wird der Kolben auf einer langsam rotierenden Welle oder einem Rad befestigt. Je nach dem Polymerisationsgrad der Cellulose dauert der Lösungsvorgang verschieden lange; nach etwa 10 h ist er in allen Fällen beendet. Am besten wird die Lösung am Abend angesetzt. Sie ist dann am nächsten Morgen zur Messung fertig.

**Schnell-Löse-Verfahren.** Zur Abkürzung des Auflösungs-vorganges wird das folgende Verfahren empfohlen, das die Herstellung der Lösung in 15 bis 30 min (je nach dem Polymerisationsgrad der Probe) ermöglicht.

Als Lösegefäß dient ein mit Glasfuß und Schliff NS 26 versehenes Zylinderrohr aus braunem Glas (Abb. 291). Es hat eine innere Länge von 180 mm von der unteren Schliffkante bis zum Glasfuß. Der innere Durchmesser beträgt 21 mm, der äußere 25 mm. In dem Zylinderrohr bewegt sich während des Lösens ein an beiden Enden abgefederter Stahlkegel. Dieser hat von Spitze zu Spitze eine Länge von 30 mm, im zylindrischen Teil von 20 mm und einen Durchmesser von 19 mm. Im zylindrischen Teil dicht unterhalb der Spitze befinden sich Nuten, in denen Spiralfedern aus 1 mm-Stahldraht eingelegt sind, die mit der Oberfläche des Kegels abschließen. Die Federn sind konisch gedreht und dürfen den Umfang des Kegels nicht überschreiten, da sie sonst den Fall des Kegels abbremsen. Die Gesamtlänge des Kegels einschließlich Federung beträgt etwa 55 mm.

In das 50 cm<sup>3</sup>-Zylinderrohr wird das Cellulosematerial und der Stahlkegel gegeben; nach Zusatz von Kupferchlorür wird fertige Kupferamminlösung unter schwachem Stickstoffdruck aus einer automatischen 50 cm<sup>3</sup>-Pipette eingefüllt.

Das Zylinderrohr wird sodann in die Löseapparatur gespannt und diese mit 35 bis 40 U/min in Gang gesetzt. Der eng im Rohr geführte Kegel erzeugt bei seinem Fall Wirbel und bewirkt damit eine schnelle Auflockerung und Lösung

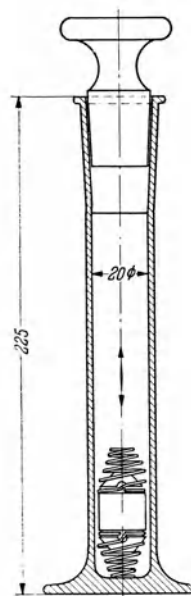


Abb. 291.  
Schnell-Löse-Gefäß.

<sup>1</sup> Bewährt haben sich Präparate von Merck, Darmstadt und Schering-Kahlbaum, Berlin.

des Cellulosematerials. Während der dann folgenden Messung bleibt der Kegel im Rohr, das in üblicher Weise dem Kapillar-Viskosimeter angeschlossen wird.

Zur Herstellung der für das Schnell-Löse-Verfahren erforderlichen fertigen Kupferamminlösung werden 20 g Kupferhydroxyd in eine braune Flasche gegeben; nach dem Zufügen von 2 Liter Ammoniak wird der Ansatz unter häufigem Schütteln stehen gelassen, bis sich das Kupferhydroxyd vollkommen gelöst hat ( $1\frac{1}{2}$  bis 1 h).

**Anordnung des Viskosimeters<sup>1</sup>** (Abb. 292). Das Viskosimeter befindet sich in einem durch Rührwerk, Heiz- und Kühlvorrichtung selbsttätig auf  $20^\circ \pm 0,1^\circ$  gehaltenen Wasserbad (Thermostat). Die Einführung der Meßlösung erfolgt durch ein im unteren Bogen des Viskosimeters angesetztes Rohr, das,

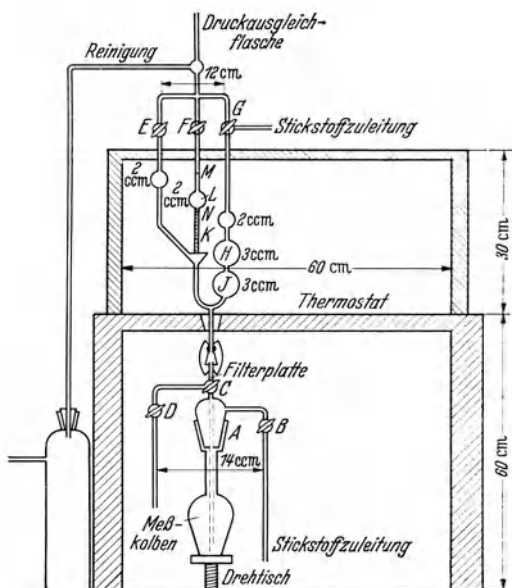


Abb. 292. Versuchsanordnung bei der Bestimmung des Polymerisationsgrades nach STAEDINGER. Abgeändertes Verfahren der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern.

bis zum Boden des Kolbens. Der Hahn B wird geöffnet, und der aus einer Bombe entnommene Stickstoff tritt in den Kolben ein. Durch Öffnen des Hahnes C wird die Lösung in das Viskosimeter hinaufgedrückt. Nach Füllung der beiden unteren rechten Kugeln H und J wird der Hahn C geschlossen, der Hahn E kurz geöffnet und wieder geschlossen. Durch den Dreiweghahn G wird die im Viskosimeter befindliche Lösung aus den beiden Kugeln in die über der Kapillare K befindliche Kugel L bis oberhalb der oberen Marke M gedrückt; der Dreiweghahn G wird wieder in die Ausgangsstellung zurückgebracht, der Stickstoffzustrom ist dadurch unterbunden, der Überdruck im Viskosimeter entweicht. Die Flüssigkeitssäule reißt am unteren Kapillarenaustritt ab, die Lösung oberhalb der Kapillare beginnt durch die Kapillare zu strömen. Mit der Stoppuhr wird die Zeit gemessen vom Augenblick, in dem der untere Meniskus der Flüssigkeit die obere Marke M durchläuft bis zum Augenblick, in dem er durch die untere Marke N tritt.

Nach Beendigung der Messung wird die Lösung durch Öffnen des Hahnes D aus dem Viskosimeter abgelassen. Ein neuer Kolben wird bei A angeschlossen

in einem Gummistopfen sitzend, durch einen Schliff die Verbindung zu der unterhalb des Thermostaten befindlichen Einfüllvorrichtung herstellt. Die Hähne E, F, G des Viskosimeters sind angeschlossen an eine 250 cm<sup>3</sup>-Gaswaschflasche nach MUENCKE, die bis etwa 1 cm über die innere Austrittsöffnung mit Wasser beschickt ist. Dadurch ist das Viskosimeter gegen Luft abgeschlossen, und gleichzeitig ist ein dauernder Ausgleich auf Atmosphärendruck gegeben.

Länge der Kapillaren . . . 50 mm

Durchmesser

der Kapillaren . . . . . 0,3 bis 0,4 mm

#### Durchführung der Messung.

Nach Entfernen des Stopfens wird der Löse- (Meß-) Kolben durch den unteren Schliff A bei geschlossenen Hähnen B, C, D, E mit der Apparatur verbunden und auf das in der Höhe einstellbare Stativ gestellt. Das Aufnahmerohr für die Lösung reicht

<sup>1</sup> Lieferfirma: Greiner u. Friedrichs G. m. b. H., Stützerbach i. Thür.

und das Viskosimeter mit der neuen Lösung in der gleichen Weise durchgespült wie bei der Messung nach der obigen Vorschrift. Diese Spülflüssigkeit wird ebenfalls durch Hahn *D* abgelassen und nun das Viskosimeter mit der neuen Lösung zur Messung gefüllt. Ebenso erfolgt die Messung der Durchlaufzeit des reinen Lösungsmittels, also der Lösung von Kupferchlorür und Kupferhydroxyd in Ammoniakwasser.

Eine hin und wieder erforderliche gründliche Reinigung des Viskosimeters wird in gleicher Weise durchgeführt, nur daß aus dem Kolben statt der Lösung Chromschwefelsäure und anschließend Wasser durch das Viskosimeter gedrückt werden, wobei die Flüssigkeiten durch die oberen Hähne *E*, *F*, *G* und einen zwischen diesen und der Druckausgleichflasche befindlichen Dreiwegehahn *O* abgesogen werden.

### Berechnung des Polymerisationsgrades.

$$P = \frac{227}{c} \cdot \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0};$$

$P$  = Polymerisationsgrad,  $\eta$  = Durchlaufzeit der Lösung [s],  
 $\eta_0$  = Durchlaufzeit des Lösungsmittels [s],  $c$  = Konzentration der Lösung [%],

Der Faktor 227 ergibt sich aus der  $K_m$ -Konstante (s. oben) und dem mit 88% angenommenen absoluten Trockengehalt des Zellstoffes; weicht dieser von 88% ab, muß ein anderer Faktor errechnet werden, indem man die Zahl 20000 durch den wirklichen Trockengehalt der Probe [%] dividiert.

**Herstellung von Kupferhydroxyd**<sup>1</sup>. 250 g reines Kupfersulfat werden in einem 2 Liter-Becherglas in 1250 cm<sup>3</sup> Wasser gelöst und zum Sieden gebracht. Unter Umrühren läßt man aus einem Tropftrichter konzentrierte Ammoniaklösung in die siedende Lösung tropfen, bis die über dem gebildeten grünen Niederschlag stehende Lösung einen violetten Farbton annimmt; es werden ungefähr 150 cm<sup>3</sup> verbraucht. Der Niederschlag wird abfiltriert und mit Wasser gründlich gewaschen. Dann wird er mit Wasser von 30° (nicht höher!) angeteigt und mit einer ebenfalls 30° warmen Lösung von 60 g Ätznatron in 800 cm<sup>3</sup> Wasser verrührt. Man läßt die Mischung unter häufigem Rühren 10 min stehen, filtriert und wäscht mit Wasser alkalifrei; zum Schluß wird mit Aceton durchgewaschen und bei Temperaturen nicht über 40° im Vakuumtrockenschrank oder im Exsikkator getrocknet. Das Produkt wird durch ein Kupferdrahtnetz hindurchgetrieben.

## X. Prüfung von Zellstoff auf Filtrierbarkeit der daraus hergestellten Viskose.

**Allgemeines.** Für die Beurteilung von Kunstseiden-Zellstoff, der nach dem Viskoseverfahren verarbeitet werden soll, ist die Filtrierbarkeit der aus dem Zellstoff hergestellten Viskose von wesentlicher Bedeutung.

Von der *Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern* wurde das nachstehend beschriebene Verfahren zur Ermittlung der „Filtrations-“ oder „Verstopfungs-konstante“ einer unter bestimmten Bedingungen hergestellten Viskoselösung als Konventionmethode festgesetzt. Die Bestimmung beruht auf der von HERMANS und BREDÉE<sup>2</sup> gefundenen Beziehung über die Abhängigkeit zwischen Filtrationszeit und Filtratmenge für die erste Filtration einer normalen Viskose bei konstantem Filtrationsdruck:

$$\frac{k_w}{2} \cdot t = \frac{t}{M} - \frac{1}{S_0} \quad (1)$$

$t$  = Filtrationsdauer,  
 $M$  = Filtratmenge,

$S_0$  = Anfangsgeschwindigkeit der Filtration,  
 $k_w$  = Verstopfungskonstante.

<sup>1</sup> Vgl. VANINO u. ENGERT: Chemiker-Ztg. 48 (1924) S. 141.

<sup>2</sup> HERMANS, P. H. u. H. L. BREDÉE: Rec. Trav. chim. Pays-Bas 54 (1935) Nr. 7/8, S. 680.

Da die Konstante  $k_w$  praktisch von der Filtrationsgeschwindigkeit, die von der Viskosität der Lösung und vom Filtrationsdruck abhängig ist, nicht beeinflußt wird, ist sie als Maß für die während der Filtration eintretende Verstopfung des Filters anzusehen. Dagegen ist die Verstopfungskonstante abhängig von der Art des verwendeten *Filterbelages* und von der Größe der *aktiven Filterfläche*.

### Beschreibung des Filterapparates.

Die Vorrichtung (Abb. 293) besteht aus einem 2,5 Liter fassenden Eisenrohr von 85 mm lichter Weite, an dessen unterer Verschraubung eine 3 mm dicke Eisenplatte aus rostfreiem Stahl festgehalten wird, die als Filterstütze dient. Sie ist mit 124 Bohrlöchern von 3 mm Dmr. (Abstand der Löcher: 2 mm) in ringartiger Anordnung versehen. Die freie Filterfläche beträgt 8,77 cm<sup>2</sup>. Die am anderen Ende des Rohres aufgeschraubte Kappe trägt den verschließbaren Druckanschlußstutzen, der während der Filtration durch einen Gummidruckschlauch mit einer Stickstoffbombe verbunden ist. In diese Schlauchleitung sind ein Manometer, ein Sicherheitsventil und ein Entlüftungshahn eingeschaltet. — Als Filterbelag ist eine Packung von Nessel, Schubertwatte und Batist zu verwenden, wobei das Nesseltuch dem Rohrinnern zugekehrt ist. Die genannten Filtermaterialien müssen bestimmte textile Eigenschaften aufweisen<sup>1</sup>.

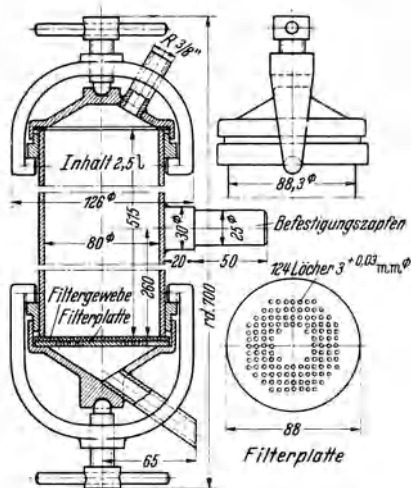


Abb. 293. Lösevorrichtung für die Viskose.

### Herstellung der Viskoselösung.

1 kg lufttrockner Zellstoff wird mit 18%iger, hemicellulosefreier Natronlauge (aus analysenreinem Natriumhydroxyd und destilliertem Wasser) 1 h bei 18° in einer 1 kg-Tauchpresse (Abb. 294) merzerisiert<sup>2</sup> und anschließend auf einen Cellulosegehalt von 30,0 bis 31,0% und einen Alkaligehalt von 15 bis 16% abgepreßt.

Die richtige Pressung wird bei bekanntem Laugeneinsatz durch Ermittlung der abgepreßten Laugenmenge oder durch Markierung eines bestimmten Vorschubs des Preßstempels reguliert und durch Wägen und Analysieren des Preßgutes nachgeprüft.

Liegt der Zellstoff in Flockenform oder in geraspeltem Zustand vor, wird er in 4 gleichen Teilen mit je 5 Liter Lauge merzerisiert. Der dabei erhaltene Brei wird, jeder Teil für sich, in einem in die Tauchwanne eingesetzten Preßzylinder (Abb. 294) hydraulisch oder mit einer Schraubenpresse abgepreßt. Damit der Brei nicht durch die Bohrungen des Zylinders tritt, wird der Zylinderboden mit Nesseltuch ausgelegt. Die 4 Anteile sind gemeinsam zu zerfasern.

Die Alkalicellulose wird 2 Stunden bei 20° in einem 1 kg-Zerfaserer<sup>3</sup> (Abb. 295) zerfasert und anschließend durch ein Sieb aus V2A-Stahl von 5 mm Lochweite

<sup>1</sup> Vgl. Normblatt Zst 1 der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern (Ausgabe November 1942).

<sup>2</sup> Beim Einsetzen der Zellstoffblätter in die Tauchwanne ist darauf zu achten, daß sie in der Dicke frei quellen können. Die Geschwindigkeit des Laugeneinlaufs in die Wanne ist so zu regeln, daß sie etwa gleich der Sauggeschwindigkeit des Zellstoffs ist. Diese Maßnahmen sichern eine gleichmäßige Alkalisierung. Die eingesetzten Bogen sollen in der Faserrichtung übereinstimmen und genau gleiches Format haben, damit beim Abpressen keine überstehenden Kanten mit abweichendem Preßgrad entstehen.

<sup>3</sup> System Werner u. Pfeleiderer (Stuttgart-Bad Cannstadt). Abstand zwischen Flügel- und Sattelzahn: 0,3 mm.

gesiebt. Der Siebrückstand wird verworfen. Beträgt er mehr als 5%, so muß die Zerfaserungszeit entsprechend verlängert werden.

Die zerfaserte und gesiebte Alkalicellulose läßt man in einer 20 Liter-Enghalsflasche<sup>1</sup> mit eingeschlifffem Stöpsel in einem Wasserthermostaten bei 20° solange vorreifen, bis die daraus hergestellte Viskose zur Zeit der Bestimmung der Filtrationskonstante eine Kugelfallviskosität<sup>2</sup> von 40 bis 50 s aufweist. Darauf wird 35% Schwefelkohlenstoff (bezogen auf den Cellulosegehalt der Alkalicellulose) in einem Strahl auf die Oberfläche der Alkalicellulose gegossen und die Flasche sofort verschlossen, wobei der eingeschlifffene Stopfen am oberen Ende leicht mit

Hahnfett eingefettet und durch eine Schraubvorrichtung am Lokern gehindert wird. Die Dauer der Sulfidierung beträgt 2½ h. Während dieser Zeit wird die Temperatur gleichmäßig von 20° auf 28° gesteigert (außerhalb der Flasche gemessen) und die Flasche in horizontaler Lage langsam gedreht (30 U/min).

Nach dem Sulfidieren wird das Xanthat in eine 20 Liter-Weithalsflasche<sup>3</sup> oder in einen Glasstutzen ent-

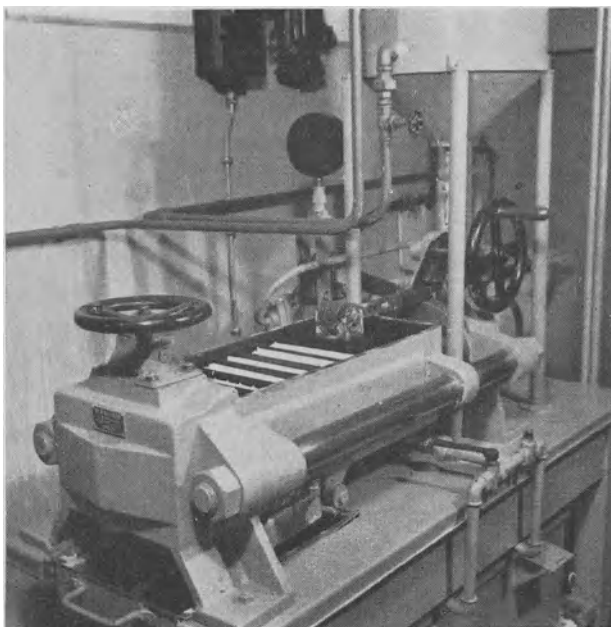


Abb. 294. 1 kg-Tauchpresse.

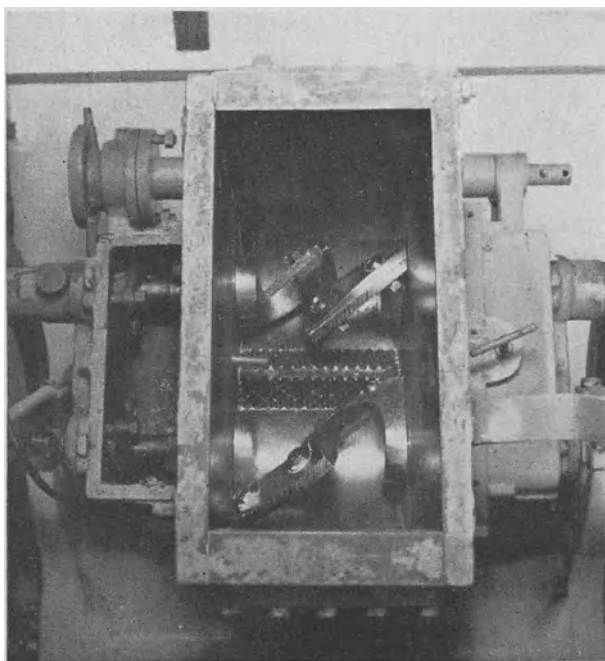


Abb. 295. 1 kg-Zerfaserer.

<sup>1</sup> DIN Denog 35.

<sup>2</sup> Bei Verwendung von 1/8 Zoll Stahlkugeln ( $3,160 \pm 0,005$  mm) mit einem Gewicht von 129 bis 131 mg; Kugelfallhöhe: 200 mm; Temperatur: 20°.

<sup>3</sup> DIN Denog 38.



sprechender Größe umgefüllt, wobei der an den Wandungen und am Boden haftende Rest mit der berechneten Menge der für das Lösen des Xanthats erforderlichen Natronlauge (aus analysenreinem NaOH und destilliertem Wasser hergestellt) herausgespült wird. Die Auflösung erfolgt mit einer besonderen Rührvorrichtung<sup>1</sup> (Abb. 296) bei 90 U/min in 5 h und einer Lösetemperatur von 20°. Die Zusammensetzung der Viskose ist: 7,9 bis 8,1% Cellulose und 6,9% bis 7,1% Alkali.

Darauf läßt man die Viskose 19 h bei 20° nachreifen, wobei sie gleichzeitig durch Anschließen an eine Vakuumleitung entlüftet wird.

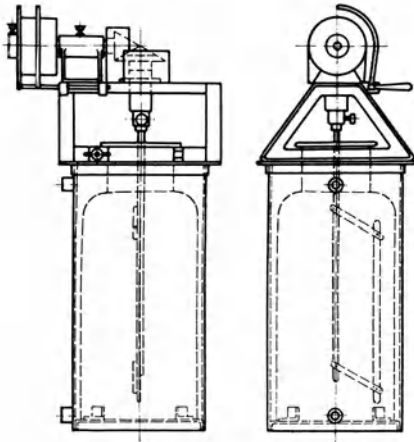


Abb. 296. Rührvorrichtung für die Herstellung von Viskose nach der Methode der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern.

### Ausführung der Bestimmung.

Die Viskoselösung wird in das am Filterende geöffnete Gefäß eingefüllt (der Druckanschlußstutzen ist hierbei durch eine Kappe geschlossen); dann werden die Filterpackung und die Stützplatte, sowie der Andrücktrichter (vgl. Abb. 293) aufgesetzt und die Vorrichtung unter Benutzung eines Schraubstockes durch die Überwurfmutter verschlossen, wobei darauf zu achten ist, daß sich das Filter nicht mitdreht.

Darauf wird das Rohr umgedreht, so daß das Filterende nach unten kommt, an die Druckleitung angeschlossen und innerhalb von etwa 5 s auf einen Druck von 2 atü gebracht. Die Messung beginnt, wenn der erste Tropfen Viskose im Auffanggefäß erscheint. Festgestellt wird die

Filtratmenge für 0 bis 20 min und für 20 bis 60 min Filtrationsdauer<sup>2</sup>.

Die Messung ist 4mal hintereinander in möglichst kurzer Zeit auszuführen, die erhaltenen Werte sind zu mitteln.

### Berechnung der Filtrationskonstante $k_w$ .

$$k_w = 100\,000 \cdot \frac{\left(2 - \frac{P_2}{P_1}\right)}{P_2 - P_1} \quad (2)$$

$P_1$  = Filtratmenge von 0 bis 20 min,  
 $P_2$  = Filtratmenge von 20 bis 60 min.

Die Formel (2) läßt sich immer anwenden, wenn sich die Filtrationszeiten  $t_1$  und  $t_2$  (von der Zeit Null an gemessen) wie 1:3 verhalten<sup>3</sup>. Für beliebige Werte von  $t_1$  und  $t_2$  gilt:

$$k_w = 200\,000 \cdot \frac{\frac{t_2}{P_1 + P_2} - \frac{t_1}{P_1}}{t_2 - t_1} \quad (3)$$

<sup>1</sup> Bauart und Abmessungen des Rührers sind aus einer der gedruckten Vorschrift (Zst 2) beigegebenen Konstruktionszeichnung zu ersehen.

<sup>2</sup> Kürzere Meßdauern sind unzulässig, da alle aus Cellulosematerial bestehenden Filter die Eigenschaft haben, erst nach  $\frac{1}{4}$  h Filtrationsdauer ihre endgültige Porengröße zu erreichen. — Für die Zeitmessung sind Stoppuhren zu verwenden.

<sup>3</sup> Wegen des Faktors 100000 stimmen die  $k_w$ -Werte in den Formeln (1) und (2) nur überein, wenn  $M$  in Gleichung (1) in Doppelzentnern ausgedrückt wird.

## Chemische Kennzahlen von Zellstoffen.

### Einheitsverfahren des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure<sup>1</sup>.

#### Vorbereitung der Proben zur Analyse.

Soll die Probe als Durchschnittsmuster einer größeren Lieferung anzusehen sein, so muß das Material an mehreren Stellen der Lieferung entnommen werden. Nach gutem Mischen erfolgt die Zerkleinerung, die je nach Art der durchzuführenden Analyse bis zur Flockengröße oder Pulverform geht. Außer dem Zerzupfen von Hand bzw. dem Pulvern mit groben Holzfeilen kommen für eine schnelle maschinelle Zerkleinerung die im FAK-Merkblatt 4 beschriebenen Flocken- und Pulverraspeln in Betracht. — Feuchtes Material ist vorher freihängend an der Luft zu trocknen.

#### Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes<sup>2</sup>.

Etwa 5 g lufttrocknes, grobgeraspeltes oder 100 g feuchtes Material werden in einem Wägegläschen (breite Form, mit gut schließendem Deckel) bei einer Temperatur von 100 bis 105° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, wobei durch Anwendung von Vakuum oder bewegter Luft eine wesentliche Beschleunigung der Trocknung erreicht werden kann. — Bei Schiedsanalysen ist die Art der Trocknung und die Trocknungsdauer anzugeben.

Liegt das Material in feuchtem Zustand vor, so bringt man etwa 300 g davon nach dem Zerzupfen zum Ausgleich der Feuchtigkeit in eine Flasche mit Glasstopfen. Nach 3stündigem Stehen und anschließendem Schütteln werden die Trockenproben entnommen.

Die Bestimmung der Stoffdichte wäßriger Faserstoff-Aufschwemmungen erfolgt mit Hilfe einer besonderen Zentrifuge der *Pan-Separatoren-Gesellschaft m. b. H. Tilsit*<sup>3</sup>, wobei allerdings nur Näherungswerte, diese dafür in wenigen Minuten erhalten werden. Eine gemessene Menge der Aufschwemmung wird in die zunächst langsam mit der Hand gedrehte Zentrifuge eingegossen. Die anzuwendende Menge richtet sich hierbei nach der Stoffkonzentration; sie beträgt bei geringer Stoffdichte 1 bis 2 Liter, bei höherer entsprechend weniger. Entwässerter Stoff, wie er von Gautschpressen oder Zellenfilter abgenommen wird, ist vorher in Wasser aufzuquirlen. Nach beendetem Eintragen wird der Motor eingeschaltet und genau 3 min in Gang gehalten. Das absolute Trockengewicht  $T$  errechnet sich nach der Formel:

$$T = \frac{a \cdot f}{G} [\%]$$

$a$  = Gewicht des Stoffes nach dem Zentrifugieren [g],

$G$  = angewendete Menge des Stoff-Wasser-Gemisches [g],

$f$  = Zentrifugenfaktor.

<sup>1</sup> Aus den im Vorwort genannten Gründen sind in dem vorliegenden Buch nur die vom Verein der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure als deutsche Einheitsmethode festgelegten Verfahren berücksichtigt worden. Auf die entsprechenden Methoden der Svenska Pappers och Cellulosaingenjörsföreningen wird in Fußnoten Bezug genommen. Im übrigen wird auf das Werk R. SIEBER: „Die Chemisch-Technischen Untersuchungsmethoden der Zellstoff- und Papier-Industrie“ verwiesen, das die chemische Zellstoffprüfung eingehend behandelt. — Die deutschen Einheitsverfahren sind in Form von Merkblättern (nachstehend als „FAK“-Merkblätter bezeichnet) bei Otto Elsner, Berlin, erschienen.

<sup>2</sup> Nach FAK-Merkbl. 4. — Über die Methode der Technical association of the Pulp and Paper Industry. Paper Trade J. Bd. 95 (1932) Nr. 1, S. 40.

<sup>3</sup> Von A. NOLL vorgeschlagen.

Der Zentrifugenfaktor  $f$  ergibt sich als mittlerer Trockengehalt des abgeschleuderten Stoffes in Prozenten und ist für jede Zentrifuge gesondert an einer Anzahl von Stoffaufschwemmungen zu bestimmen, deren Stoffdichte durch Trocknen im Trockenschrank ermittelt wird. Der Faktor gilt jedoch nur für ungemahlene Stoffe, die noch nicht getrocknet wurden. Er ist abhängig von der Faserart und in geringem Umfange auch vom Aufschlußgrad.

### Bestimmung des Aschengehaltes<sup>1</sup>.

a) **Glührückstand.** 5 g des grob geraspelten oder gezupften Materials werden in einen Porzellantiegel von etwa 57 mm Höhe bei 43 mm oberem Innendurchmesser eingewogen, über einer nicht rußenden Bunsenflamme zunächst vorsichtig verascht (verkokt), dann in noch heißem Zustande in dem bereits glühenden, ohne Zwischenschaltung eines Widerstandes beheizten elektrischen Tiegelofen etwa  $\frac{1}{2}$  h geglüht und nach dem Erkalten im Exsikkator gewogen. Von der Gewichtskonstanz überzeugt man sich durch Nachwägen nach weiterer ein-stündiger Glühdauer.

Der so ermittelte Aschengehalt wird stets unter Berücksichtigung der getrennt zu bestimmenden Feuchtigkeit auf absolut trocknen Stoff bezogen. Zweckmäßig verwendet man zur Aschenbestimmung das bereits für die Feuchtigkeitsbestimmung bei 100 bis 105° getrocknete und geraspelte Material.

Soll die Asche auch auf ihre Bestandteile untersucht werden, so ist die Veraschung im *Platintiegel* vorzunehmen.

b) **Sulfatasche.** In besonderen Fällen kann es angezeigt erscheinen, neben dem Glührückstand auch die *Sulfatasche* zu bestimmen. Zu diesem Zweck erhitzt man zunächst den Zellstoff über einer nicht rußenden Bunsenflamme, bis völlige Verkohlung eingetreten ist, läßt den Tiegel erkalten und verrührt die verkohlte Substanz mit 1 bis 2 cm<sup>3</sup> verdünnter Schwefelsäure mit einem Platindraht. Dann raucht man auf dem Sandbad oder über dem Bunsenbrenner vorsichtig bis zum Auftreten weißer Nebel ab, verascht im elektrischen Tiegelofen und bestimmt den Glührückstand (die Sulfatasche), wie oben angegeben. Die auf diese Weise ermittelte Sulfatasche wird ebenfalls auf absolut trocknen Stoff bezogen und ergibt naturgemäß wesentlich höhere Werte, die etwa den doppelten Betrag des Glührückstandes erreichen können.

### Bestimmung des Harz- und Fettgehaltes<sup>2</sup>.

10 g lufttrocknes, grob geraspelt oder zu Stücken von 1 bis 2 cm Kantenlänge zerzupftes Material werden in einer geeigneten Extraktionsapparatur 3 h mit *Dichlormethan* (Methylenchlorid)<sup>3</sup> ausgezogen. Der Extrakt wird filtriert, das Filter mit etwas frischem Lösungsmittel nachgewaschen; der filtrierte Auszug wird mit der Waschflüssigkeit vereinigt und nach Abdestillieren der Hauptmenge des Dichlormethans in einem gewogenen Becherglas von etwa 50 cm<sup>3</sup> Inhalt auf dem Wasserbad zur Trockne verdampft und der Rückstand im Trockenschrank bei 100° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (Toleranz der Differenz zwischen zwei Bestimmungen 0,005 g = 0,05%), wofür in der Regel 2 bis 4 h erforderlich sind. Nach dem Erkalten im Exsikkator wird gewogen

<sup>1</sup> Nach FAK-Merkbl. 4. — *Ausländische Normmethoden*: Methode der Technical Association of the Pulp and Paper Industry: „Tappi Standards T 211 m“. — Methode der Svenska Pappers- och Cellulosaingenjörssällskapet (Tekniska Meddelanden CCA 1, Ausgabe 1940). [Entspricht im Prinzip dem deutschen Einheitsverfahren. Vgl. D. JOHANSSON: Papierfabrikant **40** (1942) S. 73 u. 81.]

<sup>2</sup> Nach FAK-Merkbl. 5. — Nach der Einheitsmethode der Svenska Pappers och Cellulosaingenjörssällskapet (Tekniska Meddelanden CCA 2, Ausgabe 1940) ist neben einer Extraktion mit Dichlormethan, die sich der deutschen Arbeitsvorschrift eng anschließt, noch eine darauffolgende Extraktion mit Äthylalkohol vorgesehen (vgl. D. JOHANSSON: Papierfabrikant **40** (1942) S. 73 u. 81).

<sup>3</sup> Vorgeschlagen von K. G. JONAS [Wbl. Papierfabr. **61** (1930) Sondernummer, S. 97].

und das auf absolut trocknen Zellstoff umgerechnete Ergebnis in „Prozent Dichlormethanextrakt“ angegeben. Die Trockengehaltsbestimmung erfolgt gesondert.

Das Methylchlorid muß vollkommen farblos sein, gegen Lackmus neutral reagieren und darf beim Abdestillieren höchstens einen Rückstand von 0,001% hinterlassen<sup>1</sup>. Zu empfehlen ist „Dichlormethan 98- bis 100%ig ohne Zusatz“<sup>2</sup>. Der mittlere Siedepunkt des reinen Handelsproduktes beträgt rd. 40°, der der chemisch reinen Flüssigkeit 42°. Die Aufbewahrung soll unter Lichtabschluß in braunen Flaschen erfolgen. Als Extraktionsapparatur sind zweckmäßigerweise Geräte zu wählen, bei denen die Soxhlethülse in den Dampfraum des Extraktionskolben eingehängt wird.

### Bestimmung des Alkoholextraktes und Zerlegung von Harzextrakten in Unverseifbares, Fettsäuren und Harzsäuren<sup>3</sup>.

Die Bestimmung des Harzgehaltes mittels *Dichlormethan* (s. oben) liefert den Gesamtgehalt an Harz- und Fettbestandteilen, soweit sie nicht in gebundener Form als Seifen vorhanden sind. Durch Dichlormethan (und ebenso durch Äther) wird also das sog. „freie Harz“ bestimmt, welches aus einem Gemisch teils verseifbarer, teils unverseifbarer Bestandteile (Harzsäuren, Fettsäuren, Ester, Laktone, Ketone, Kohlenwasserstoffe usw.) besteht. Durch 96%igen *Alkohol* wird aus dem Zellstoff neben dem „freien Harz“ auch das als Kalk- bzw. Magnesia-seife von Harz- und Fettsäuren gebundene Harz herausgelöst, weshalb der entsprechend höhere Werte ergebende Alkoholextrakt auch als „Gesamtharz“ bezeichnet wird<sup>4</sup>.

**a) Bestimmung des Gesamtharzes (Alkoholextrakt).** 10 g des luft-trocknen, grob geraspelten Zellstoffes werden in einer geeigneten Extraktionsapparatur 6 h mit 96%igem Alkohol extrahiert. Der alkoholische Auszug wird filtriert und das Filter mit etwas frischem Alkohol nachgewaschen. Extrakt und Waschalkohol werden vereinigt, auf dem Wasserbad eingeeengt, in einem gewogenen Becherglas auf Sirupkonsistenz eingedampft und im Trockenschrank 2 h bei 100° getrocknet. Fehlergrenze: 0,05%.

Zur angenäherten Bestimmung des Gehaltes an Harz- und Fettseife aus dem Glührückstand des alkoholischen Extraktes werden 50 g des Materials extrahiert. Der Auszug wird in einen gewogenen Porzellantiegel überführt und nach dem Trocknen und Wägen verascht und geglüht. Der Berechnung des Seifengehaltes wird ein mittleres Molekulargewicht der Harz- und Fettsäuren von 300 zugrunde gelegt, der Glührückstand wird als CaO betrachtet.

*Berechnungsbeispiel.* Der bei 100° C getrocknete Alkoholextrakt (Gesamtharz) habe einen Aschengehalt von 1,5%; es entsprechen 28 Gewichtsteile CaO 300 Gewichtsteilen Harz-Fettsäuren bzw. 319 Gewichtsteilen Harz-Fettseifen. Durch Bestimmung von  $x$  in der Gleichung  $28 : 319 = 1,5 : x$  findet man  $x = 17,0\%$  Seifen im Gesamtharz.

**b) Zerlegung von Zellstoffextrakten in Unverseifbares, Harz- und Fettsäuren<sup>5</sup>.** Gewisse Rückschlüsse auf die Zusammensetzung der Harzextrakte sind schon auf Grund ihrer Konsistenz möglich. Springharte, kolophonium-

<sup>1</sup> Festzustellen durch vorsichtiges Verdunsten von 100 cm<sup>3</sup> Lösungsmittel in einem gewogenen Glasschälchen.

<sup>2</sup> Zu beziehen von der I.G. Farbenindustrie AG. <sup>3</sup> Nach FAK-Merkbl. 6.

<sup>4</sup> Erfahrungsgemäß besteht zwischen dem Dichlormethan- (bzw. Äther-) und dem Alkoholextrakt angenähert das Verhältnis von etwa 7:10.

<sup>5</sup> Nach SAMUELSEN wird der Eindampfdruckstand des ätherischen Auszuges nach Bestimmung des Tropfpunktes und der Neutralisationszahl in Unverseifbares und Verseifbares getrennt. Letzteres besteht aus einem Harz-Fettsäuregemisch, zu dessen Kennzeichnung die Säure- und die Jodzahl ermittelt werden. Anschließend wird das Gemisch in die Harz- und Fettsäuren getrennt, deren Mengenanteile bestimmt werden [Papir-J. 27 (1939) S. 224].

ähnliche Rückstände bestehen größtenteils aus Harzsäuren und deren Seifen. Je weicher der Extrakt, um so erheblicher ist der Anteil an freien und gebundenen Fettsäuren und Unverseifbarem; dickflüssige Rückstände enthalten überwiegend Fettsäuren und deren Ester.

Für die Analyse ist eine größere Extraktmenge erforderlich, die durch Extraktion von 1 bis 2 kg Zellstoff mit Dichlormethan oder Alkohol gewonnen wird. Im Analysenbericht ist anzugeben, von welchem Auszug bei der Zerlegung ausgegangen wurde.

*Bestimmung des Unverseifbaren* (Ketone, Laktone, Kohlenwasserstoffe). Etwa 2 g des bei 100° getrockneten Extraktes werden durch einstündiges Kochen (Rückfluß) mit alkoholischer Kalilauge verseift und nach Zusatz von Phenolphthalein mit Essigsäure neutralisiert. Unter lebhaftem Umrühren fällt man dann bei 70° C mit verdünnter Chlorkalziumlösung die Harz- und Fettsäuren als Kalksalze aus. Hierauf setzt man die fünffache Menge Wasser zu und läßt erkalten. Die sich flockig ausscheidenden, das Unverseifbare einschließenden Kalkseifen werden abgesaugt, ausgewaschen, bei 90° C getrocknet und nach Vermengen mit etwas Sand mit Dichlormethan 4 h extrahiert. Von der Extraktlösung wird zunächst die Hauptmenge des Lösungsmittels abgedampft, der Rest in ein kleines Becherglas überführt, auf dem Wasserbad bis zur Sirupkonsistenz eingeengt, dann im Trockenschrank bei höchstens 70° C getrocknet und nach dem Erkalten gewogen. Der Befund wird konventionell als „Unverseifbares“ angegeben.

*Trennung der Harzsäuren von den Fettsäuren* (nach WOLFF und SCHOLZE). 2 g des bei 100° C getrockneten Zellstoffextraktes (Alkoholextrakt oder Dichlormethanextrakt) werden in 20 cm<sup>3</sup> reinem Methanol gelöst, dann mit 10 cm<sup>3</sup> einer Mischung von 1 Vol. konzentrierter Schwefelsäure und 4 Vol. Methanol versetzt und 2 min am Rückflußkühler gekocht. Nach Zusatz der fünffachen Menge 10%iger Kochsalzlösung wird mit Äther ausgeschüttelt und die abgelassene wäßrige Schicht noch zweimal mit Äther ausgeschüttelt. Die vereinigten ätherischen Auszüge werden mit verdünnter Kochsalzlösung *mineralsäurefrei* gewaschen und nach Zusatz von etwas Alkohol mit n/2-alkoholischer Kalilauge titriert. Unter Annahme einer mittleren Säurezahl der Harzsäuren von 160 und einer Korrektur für unverestert bleibende Fettsäuren von 1,5% der ursprünglich vorhandenen, berechnet sich der annähernde Harzsäuregehalt nach der Formel  $\frac{a \cdot 17,76}{m} - 1,5$ . Dabei bezeichnet *a* die zum Neutralisieren benötigte Anzahl cm<sup>3</sup> n/2-alkoholischer Kalilauge, *m* die angewandte Menge des Zellstoff-Harzextraktes.

Ist auf diese Weise der Befund an Harzsäuren festgestellt, so ist, falls man ursprünglich einen *Dichlormethan-Zellstoffextrakt* in Arbeit genommen hatte, die Menge der Fettsäuren = 100 - (Unverseifbares + Harzsäuren). Hat man dagegen die Zerlegung in einem *Alkohol-Zellstoffextrakt* vorgenommen, so ist die Menge der Fettsäuren = 100 - (Unverseifbares + Harzsäure + Asche).

## Bestimmung des Aufschlußgrades.

**Charakterisierung ungebleichter Zellstoffe nach Härte und Bleichfähigkeit<sup>1</sup>.** Von der Faserstoff-Analysenkommission des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure wurden für die Charakterisierung der *Härte* und *Bleichbarkeit* von Zellstoffen folgende Richtlinien festgelegt:

1. Der Aufschlußgrad ist vom Ligningehalt abhängig. Die zur Kennzeichnung des Aufschlußgrades vorgesehenen Begriffe für die *Härte* („sehr hart“ bis „sehr weich“) und für die *Bleichbarkeit* sind daher *chemische* Kriterien<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Nach FAK-Merkbl. 1 und 2 [Papierfabrikant 32 (1934) S. 109 u. 157]. Vgl. hierzu A. NOLL: Papierfabrikant 31 (1933) S. 581. — Von der Svenska Pappers- och Cellulosaingenjörsföreningen (Tekniska Meddelanden CCA 9) werden zur Kennzeichnung des Aufschlußgrades festgesetzt:

Die *ROE-Zahl* [ROE, R. B.: Ind. Engng. Chem. 16 (1924) S. 808 und JOHANSSON, D.: Svensk Papperstidn. 33 (1930) S. 278.

Die *Permanganatzahl* der schwedischen Analysenkommission [Papierfabrikant 30 (1932) S. 649 und Svensk Papperstidn. 35 (1932) S. 580] sowie

die *Östrand-Permanganatzahl* [JOHANSSON, D.: Svensk Papperstidn. 35 (1932) S. 580 und Papierfabrikant 32 (1934) S. 172]. [Vgl. D. JOHANSSON: Papierfabrikant 40 (1942) S. 73 u. 81].

<sup>2</sup> Zum Unterschied von den Begriffen, die die *mechanische Festigkeit* der Zellstoffe kennzeichnen (fest, stark, zäh usw.).

2. Die Härtebezeichnung kommt nur für ungebleichte Stoffe in Betracht, da die gebleichten praktisch ligninfrei sind.

3. Der Härtegrad von *Sulfitzellstoffen* ist entsprechend der Zahlentafel 46 sowohl durch Angabe des Ligningehaltes, als auch des Aufschlußgrades bestimmt. Demgegenüber ist bei *Natronzellstoffen* nur der Ligningehalt für die Beurteilung der wirklichen Härte maßgebend, da in diesem Falle bei den üblichen Aufschlußgradbestimmungen auch Nicht-Ligninsubstanzen zur Reaktion kommen und einen höheren Härtegrad (scheinbare Härte) anzeigen als bei einem Sulfitzellstoff gleichen Ligningehaltes.

Zahlentafel 46. Härteskala ungebleichter Sulfit- und Natronzellstoffe. Beziehungen zwischen Härte, Aufschlußgrad, Ligningehalt und Chlorverbrauch.

Härtegrad	Härtestufe	Aufschlußzahlen <sup>1)</sup> nach der Methode von							Lignin %	Chlorverbrauch in %	
		ROE	JOHNSEN	ROSCHIER etwa	SIEBER	BJORK- MAN	ENSO	JOHNSEN- NOLL		Sulfit- stoffe	Natron- stoffe
1 2 3	sehr weich . .	1,0	2,2	> 300	10	28	1,2	14,0	1,0	1,9	2,1
		1,5	3,5	250	15	37	1,5	17,0	1,1	2,2	2,3
		2,0	4,8	200	21	46	1,9	20,0	1,2	2,5	2,6
4 5 6	weich . . . . .	2,5	6,0	170	25	51	2,2	23,0	1,4	2,8	2,9
3,0		7,2	140	29	66	2,9	26,0	1,7	3,2	3,1	
3,5		8,4	105	32	73	3,3	29,0	2,0	3,8	3,8	
7 8 9 0	normalweich (mäßige weich)	4,0	9,6	90	36	83	4,0	32,5	2,4	4,6	5,5
4,5		10,8	85	39	88	4,4	35,5	2,8	5,4	7,3	
5,0		11,6	70	44	93	4,8	38,5	3,2	6,2	9,0	
5,5		12,2	65	47	96	5,0	41,5	3,6	7,0	10,6	
1 2 3 4 5	normalhart (mäßige hart)	6,0	13,4	60	52	101	5,4	44,5	4,0	7,8	12,1
6,5		14,2	55	56	109	6,0	48,0	4,4	8,7	13,5	
7,0		14,9	50	60	113	6,3	51,0	4,8	9,5	14,3	
7,5		16,0	45	64	121	6,9	54,0	5,2	10,3	15,0	
8,0		17,0	40	66	130	7,6	57,0	5,6	11,1	15,4	
6 7 8 9 0	mittelhart . . .	8,5	17,4	37	68	136	8,1	60,0	6,0	12,0	15,8
9,0		18,4	35	70	142	8,6	63,5	6,4	12,8	16,2	
9,5		19,4	32	73	142	8,6	66,5	6,8	13,6	16,6	
10,0		20,5	30	76	144	8,8	69,5	7,2	14,5	17,0	
10,5		21,5	28	78	145	8,9	72,5	7,6	15,3	17,4	
1 2 3 4	sehr hart . . .	11,0	22,5	24	80	146	9,0	75,5	8,0	16,1	17,8
11,5		23,5	20	84	147	9,1	79,0	8,4	16,9	18,2	
12,0		25,0	15	87	148	9,3	82,0	8,8	17,7	18,6	
12,5		26,0	10	90	150	9,5	85,0	9,2	18,5	19,0	

**Aufschlußgradbestimmung nach JOHNSEN-NOLL.** 5 g des *absolut trocknen* Stoffes oder beispielsweise 5,50 g eines Stoffes mit 10% Feuchtigkeit werden mit 160 bzw. 159,5 cm<sup>3</sup> warmem Wasser (40 bis 50° C) in einem Aufschlagapparat gut aufgeschlagen und quantitativ mit 40 cm<sup>3</sup> Wasser in ein Becherglas übergeführt. (Die Verarbeitung von Stoffen mit wesentlich über 10% Feuchtigkeit ist zur Vermeidung von Fehlerquellen nicht empfehlenswert.) Zur gleichmäßigen Quellung bleibt der Stoffbrei 30 min im Wasserbad bei 25° C bedeckt stehen und wird sodann mit genau 50 cm<sup>3</sup> n/1 Kaliumpermanganatlösung von 20° C versetzt. Die Gesamtmenge der Flüssigkeit einschließlich Stoffwasser beträgt somit genau 250 cm<sup>3</sup>. Man läßt nun genau 60 min bei 25° C unter exakter Einhaltung der Badtemperatur und zeitweiligem Umrühren mit einem Glasstab stehen. Hierauf nutsch man den Stoff ab und gibt 10 cm<sup>3</sup> des Filtrates in

<sup>1</sup> Die zahlenmäßigen Verhältnisse zwischen den Aufschlußgradwerten der verschiedenen Methoden sind nur als mittlere Näherungswerte aufzufassen.

einen ERLÉNMEYER-Kolben, der 20 cm<sup>3</sup> n/10 Oxalsäure und etwa 50 cm<sup>3</sup> mit Schwefelsäure angesäuertes heißes Wasser enthält. Die vom Stoff verbrauchte Permanganatmenge wird durch Titration mit n/10 Permanganat bestimmt. Den Permanganatverbrauch pro 1 g Trockenstoff in cm<sup>3</sup> n/10-Lösung erhält man durch Multiplikation der Anzahl der zurücktitrierten cm<sup>3</sup> n/10 Permanganat mit 5.

Liegt der Stoff in *feuchtem Zustand* vor, so richtet sich die Einwaage (5 g abs. tr. ged.) und der Wasserzusatz nach dem Trockengehalt der Probe. In jedem Falle muß die Gesamtmenge an Flüssigkeit nach Zusatz der Permanganatlösung einschließlich Stoffwasser 250 cm<sup>3</sup> betragen.

### Ligningehalt.

Als Konventionsverfahren für die Bestimmung des Ligningehalts wurde von der „Analysekommission“ eine von NOLL<sup>1</sup> angegebene Schwefelsäuremethode festgesetzt<sup>2</sup>.

**Arbeitsweise bei ungebleichtem Zellstoff.** 1 g fein geraspelt, durch ein Sieb von 2 mm Maschenweite geschlagenes und 2 h bei 100° getrocknetes Material wird in einem 100 cm<sup>3</sup>-Becherglas mit einem stampferartig abgeflachten Glasstab etwas zusammengedrückt, mit 5 cm<sup>3</sup> reinem Dimethylanilin gleichmäßig befeuchtet und nach 3 bis 4 min mit 25 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure (78%ig) übergeben. Die Verzuckerung der Cellulose ist in der Regel nach 10 min beendet. Während dieser Zeit ist das Reaktionsgemisch öfters umzurühren. Der Verlauf der Verzuckerung ist an einer gleichzeitig angesetzten Parallelprobe in kurzen Zeitabständen durch die „Dextrinprobe“ zu überprüfen, die darin besteht, daß man etwa 1/2 cm<sup>3</sup> der Lösung in einem Reagensglas mit wenig Wasser verdünnt, gegebenenfalls filtriert und hierauf mit einer etwa 20fachen Alkoholmenge versetzt. Die Verzuckerung ist erst beendet, wenn keine Trübung bzw. Ausfällung von weißen Flocken (Dextrinausscheidung) mehr auftritt.

Darauf bringt man die Reaktionsmasse des Hauptansatzes in ein 500 cm<sup>3</sup> fassendes Becherglas, verdünnt mit 200 cm<sup>3</sup> heißem Wasser und kocht 3 min auf, wobei sich das Lignin in braunflockiger Form abscheidet. Man läßt etwa 1 h auf dem Wasserbad absitzen und filtriert dann durch ein einfaches, vorher getrocknetes und in einem Wäagegläschen gewogenes Papierfilter (Schleicher u. Schüll Nr. 589, Weißband, 12,5 cm Dmr.) oder durch einen Filtertiegel. Der Niederschlag wird auf dem Filter mit heißem Wasser bis zur Säurefreiheit des Filtrates ausgewaschen. Sodann wird das Filter mit dem Lignin bei 100° C getrocknet und gewogen. Das Wägen hat in Anbetracht der Hygroskopizität des Lignins rasch zu erfolgen. Zur festgestellten Gewichts Differenz sind als Ausgleich für den erlittenen Auswaschverlust des Filters jeweils noch 0,003 g zu addieren. Dieser Befund ergibt Lignin plus Asche. Das getrocknete Filter wird sodann verascht und der Aschengehalt in Rechnung gesetzt.

**Arbeitsweise bei gebleichtem Zellstoff.** 3 g des fein geraspelt, gesiebten und bei 100° getrockneten Materials werden nach dem Zusammendrücken mit

<sup>1</sup> NOLL, A. u. FR. HÖLDER: Papierfabrikant **29** (1931) S. 485 u. Wbl. Papierfabr. **62** (1931) 474. — NOLL, BOLZ u. FIEDLER: Papierfabrikant **30** (1932) S. 613. — NOLL u. BOLZ: Papierfabrikant **31** (1933) S. 594.

<sup>2</sup> FAK-Merkbl. 3. — Svenska Pappers- och Cellulosaingenjörsföreningen (Tekniska Meddelanden CCA 5) empfehlen als Einheitsmethode die Verzuckerung mit 72%iger Schwefelsäure nach HÄGGLUND, gegebenenfalls nach einer Vorbehandlung mit 58%iger Schwefelsäure nach einem Vorschlag von ALF AF EKENSTAM [vgl. hierzu D. JOHANSSON: Papierfabrikant **40** (1942) S. 73 u. 81].

einem abgeflachten Glasstab mit 8 cm<sup>3</sup> Dimethylanilin befeuchtet und hierauf mit 35 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure (78%ig) übergossen. Dabei erwärmt sich das Gemisch, und unter Umrühren tritt Lösung bzw. Verzuckerung des Zellstoffes ein. Ist der Hauptteil nach einigen Minuten gelöst, so wird das Becherglas in Wasser von 50° C eingestellt und bei dieser Temperatur etwa  $\frac{3}{4}$  h belassen. Die Prüfung auf vollständige Verzuckerung an Hand der Dextrinprobe erfolgt in dem Parallelansatz in der für ungebleichte Zellstoffe oben angegebenen Weise.

Ist kein Dextrin mehr nachweisbar, so wird zur Entfernung des Harzes mit 300 cm<sup>3</sup> Alkohol (es genügt Alkohol von etwa 85 Gew.-%) verdünnt und auf dem Wasserbad einige Zeit erwärmt, um die braunen Ligninflocken vollständig abzuscheiden. Da sich die Flocken nicht bei allen Stoffen gleich schnell abscheiden, ist unter Umständen die Erwärmung auf dem Wasserbad auf längere Zeit (eventuell 2 bis 3 h) auszudehnen. Man läßt dann absitzen und filtriert durch einen gewogenen Filtertiegel (Jenaer Glasfiltertiegel oder Porzellanfiltertiegel Modell B 2, Berliner Manufaktur). Während des Filtrierens ist es zweckmäßig, die Flüssigkeit warm zu halten und den Filtertiegel nicht leerlaufen zu lassen. Der Niederschlag wird im Tiegel zunächst mit heißem Alkohol und sodann mit heißem Wasser gründlich ausgewaschen. Der Tiegel mit dem Niederschlag (Lignin plus Asche) wird bei 100° C getrocknet und ist nach etwa 3 bis 4 h gewichtskonstant. Sodann wird verascht (zur Schonung des Tiegelsbodens stellt man den Tiegel dabei am besten in ein Glühgeschälchen) und nach erfolgter Rückwägung durch Subtraktion des Aschebetrages der Wert für aschefreies Lignin gefunden. Der endgültige Befund wird konventionell in „Prozent Lignin“ angegeben.

Die Reinigung der Tiegel nach dem Ausglühen erfolgt durch Kochen mit Salzsäure (1:1), Auswaschen mit heißem Wasser (eventuell Auskochen) bis zum Verschwinden der sauren Reaktion und Trocknen.

### Bestimmung der Kupferzahl<sup>1</sup>.

Unter Kupferzahl wird die Gewichtsmenge Kupferoxydul verstanden, die von 100 g absolut trocken gedachten Faserstoff aus einer alkalischen Kupferlösung durch Reduktion abgeschieden wird.

Erforderliche Lösungen:

1. *FEHLINGSche Lösung*, hergestellt durch Mischen gleicher Volumteile von Lösung I (60 g reinstes Kupfersulfat im Liter) und Lösung II (200 g reinstes Seignettesalz und 100 g reinstes Natriumhydroxyd im Liter).

2. *Schwefelsäure-Ferrisulfatlösung*. 50 g Ferrisulfat + 200 g [= 108,7 cm<sup>3</sup>] Schwefelsäure (spezifisches Gewicht 1,84).

Diese Lösung ist vor der Verwendung durch Zugabe einiger Tropfen n/10 KMnO<sub>4</sub>-Lösung auf eventuell vorhandenes Ferrosalz zu prüfen. Gegebenenfalls ist soviel Permanganatlösung hinzuzufügen, bis schwache Rosafärbung eintritt.

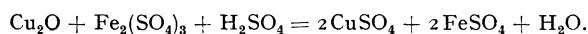
3. *n/10 KMnO<sub>4</sub>-Lösung*.

**Ausführung der Bestimmung.** 40 cm<sup>3</sup> der FEHLING-Lösung werden in einem 150 cm<sup>3</sup> fassenden Jenaer Becherglas (hohe Form) zum Sieden erhitzt. Hierauf wird 1 g des mit der Grobraspel (Flockenraspel) oder auch von Hand

<sup>1</sup> Nach FAK-Merkbl. 8. — Bei dem festgesetzten Verfahren handelt es sich um die Methode von SCHWALBE-HÄGGLUND [Cellulosechemie II (1930) S. 1]. — Von Svenska Pappers- och Cellulosaingenjörsföreningen (Tekniska Mitteländerna CCA 3) sind als schwedische Einheitsverfahren die Methoden SCHWALBE-HÄGGLUND (der deutschen Arbeitsvorschrift entsprechend) und SCHWALBE-BRAIDY (die nach Tappi-Standards T 215 m gleichzeitig Einheitsmethode der Technical Association of the Pulp and Paper Industry ist) festgesetzt [vgl. D. JOHANSSON: Papierfabrikant 40 (1942) S. 73 u. 81].



zerkleinerten, lufttrocknen Zellstoffes (dessen Feuchtigkeit in einer Sonderprobe zu ermitteln ist) in die siedende Lösung eingetragen und genau (Stoppuhr!) 3 min in starkem Sieden (Temperatur 100 bis 101° C) gehalten. Das Becherglas steht dabei auf einem Stativring mit Asbestdrahtnetz; die Temperatur wird durch ein in die Lösung eingehängtes Thermometer kontrolliert. Nach Ablauf der angegebenen Kochdauer wird der mit Kupferoxydul beladene Faserbrei sofort durch Filtration auf einer mit einem Filter Nr. 597 (Schleicher u. Schüll) versehenen Porzellannutsche von 8 cm Dmr. sorgfältig vom Filtrat getrennt und mit je  $\frac{3}{4}$  Liter destilliertem Wasser, zuerst heiß und dann kalt, erschöpfend gewaschen. Der gut abgesaugte Faserfz wird mit dem Filter vorsichtig zusammengerollt, in das vorher quantitativ nachgespülte Kochgefäß zurückgegeben und mit 25 cm<sup>3</sup> kalter Ferrisulfatschwefelsäure übergossen. Die schwefelsaure Ferrisulfatlösung muß bis zur völligen Lösung des Kupferoxyduls auf den Faserbrei einwirken, wobei Umsetzung nach folgender Gleichung erfolgt:



Sind gleichzeitig mehrere Bestimmungen auszuführen, so arbeitet man zweckmäßig zunächst alle vorliegenden Stoffproben bis zu diesem Stadium auf; die Dauer der Behandlung des Zellstoffes mit der Ferrisulfatlösung ist ohne Einfluß auf das Ergebnis der Endtitration.

Sodann werden die Proben einzeln nochmals mit einem Glasstab gut durchgerührt, um zu sehen, ob das Kupferoxydul völlig gelöst ist. Dies ist daran zu erkennen, daß der Stoffbrei frei von rot bis schwarzblau gefärbten Teilchen ist. Der Stoffbrei wird jetzt nochmals auf einem Filter (Nr. 597) abgesaugt, mit weiteren 25 cm<sup>3</sup> Ferrisulfatlösung übergossen und mit etwa  $\frac{1}{2}$  Liter kaltem, destilliertem Wasser erschöpfend nachgewaschen. Das hellgrün gefärbte Filtrat wird dann mit  $n/10$  KMnO<sub>4</sub>-Lösung bis zum Auftreten der Rosafärbung titriert. Die verbrauchten cm<sup>3</sup>  $n/10$  KMnO<sub>4</sub>-Lösung geben die Menge des von 1 g lufttrocknem Zellstoff abgeschiedenen Kupfers an, wobei 1 cm<sup>3</sup>  $n/10$  KMnO<sub>4</sub>-Lösung 0,00636 g Cu entspricht:

$$\text{Kupferzahl} = \frac{n \cdot 100 \cdot 0,00636}{a} = \frac{0,636 \cdot n}{a}.$$

Darin bedeutet  $n$  die verbrauchten cm<sup>3</sup>  $n/10$  KMnO<sub>4</sub> und  $a$  die angewandte Zellstoffmenge in Gramm absolut trocknen Zellstoffes. Fehlergrenze  $\pm 0,1$ .

### Bestimmung der Alphacellulose, des Gesamtalkalilöslichen sowie der Beta- und Gammacellulose<sup>1</sup>.

Unter Alphacellulose wird der bei Einhaltung bestimmter Versuchsbedingungen in 17,5 gew.-%iger Natronlauge (Merzerisierlauge) unlösliche Anteil verstanden, unter Gesamtalkalilöslichem der hierbei in Lösung gehende Anteil. Als Betacellulose wird der mit Essigsäure wieder ausfällbare, als Gammacellulose der beim Ansäuern in Lösung bleibende Teil des Gesamtalkalilöslichen bezeichnet.

**a) Bestimmung der Alphacellulose.** 3,5 g lufttrocknes, grobgeraspeltes Material werden in einem 100 cm<sup>3</sup> fassenden Duranglasbecher mit genau 50 cm<sup>3</sup> 17,5 gew.-%iger Natronlauge, deren Temperatur genau auf 20° eingestellt ist,

<sup>1</sup> Nach FAK-Merbl. 7. — Für die Bestimmung der Alphacellulose wurde von der Faserstoff-Analysenkommission die Methode von JENTGEN in der von WALDHOF weiterentwickelten Arbeitsweise festgesetzt, für die Bestimmung des Gesamtalkalilöslichen, der Beta- und Gammacellulose die im Prinzip von JENTGEN und SCHWALBE vorgeschlagenen Methoden gewählt. — Über die Einheitsmethoden der Svenska Pappers- och Cellulosaingenjörssällskapet für die Bestimmung der Alphacellulose und der Alkalilöslichkeit vgl. D. JOHANSSON: Papierfabrikant **40** (1942) S. 73 u. 81.

übergossen und mit einem abgeflachten Glasstab gleichmäßig und vorsichtig durchgemischt (Zeitdauer etwa 1 min). Hierbei ist übermäßig starkes Rühren oder Zerkneten des Stoffes unbedingt zu vermeiden. Das Gemisch wird sodann mit einem Uhrglas bedeckt und, von diesem Zeitpunkt an gerechnet,  $\frac{3}{4}$  h in temperiertem Wasser von  $20^{\circ}\text{C}$  stehengelassen.

Danach wird der Stoffbrei nach nochmaligem Durchmischen auf einen mit Porzellansiebplatte versehenen genormten Trichter<sup>1</sup> („Alphatrichter“, vgl. Abb. 297) gebracht und die Lauge schwach abgesaugt. Das Filtrat wird zur Vermeidung von Faserverlusten nochmals auf den Trichter gegeben. Mit einem stamperartig verbreiterten Glasstab wird der Stoffkuchen am Rande leicht angedrückt. Hierauf wird mit  $400\text{ cm}^3$  einer 8 gew.-%igen Natronlauge, die ebenfalls auf genau  $20^{\circ}\text{C}$  eingestellt ist, nachbehandelt. Das Absaugen ist so einzustellen, daß die Durchlaufzeit der 8 %igen Lauge 5 min beträgt. Ist die Lauge vollständig durchgelaufen, so wird der Stoffkuchen zweimal mit je  $10\text{ cm}^3$  Wasser übergossen. Das faserfreie Filtrat („Alphafiltrat“) wird in einen  $500\text{ cm}^3$  fassenden Meßkolben gegossen und die Saugflasche mit 10 bis  $20\text{ cm}^3$  Wasser nachgespült. Die dann bis zur Marke aufgefüllte Lösung wird zur Bestimmung des Gesamtalkalilöslichen nach b) bzw. der Beta- und Gammacellulose nach c) und d) verwandt.

Der Faserkuchen wird mit 1,5 Liter destilliertem Wasser gewaschen, mit 10 %iger Essigsäure übergossen (3 min Einwirkungsdauer) und mit weiteren 2 Liter destilliertem Wasser neutral gewaschen. Es ist darauf zu achten, daß der Stoffkuchen bei allen Operationen ständig mit Flüssigkeit bedeckt ist, und daß sich zwischen Trichterwandung und Stoffkuchen keine Kanäle bilden.

Nach dem Waschen wird der Faserkuchen durch Zusammendrücken entwässert und mit  $25\text{ cm}^3$  96 vol.-%igem Alkohol übergossen; darauf wird schwach angesaugt, wobei der restliche Alkohol 5 min über dem Faserfilz zu stehen hat. Nach dem Absaugen wird die Probe bei  $100$  bis  $103^{\circ}$  im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Der Alphacellulosegehalt wird in Prozenten angegeben und auf absolut trocknes Material bezogen. Fehlergrenze  $\pm 0,2\%$ .

Da die Alkalilöslichkeit der Cellulose von der Versuchstemperatur und Behandlungszeit stark beeinflußt wird, sind die oben angegebenen Temperaturen während der gesamten Dauer der einzelnen Operationen und ebenso die vorgeschriebenen Zeiten genauestens einzuhalten.

#### b) Bestimmung des Gesamtalkalilöslichen.

*Erforderliche Lösungen.*

Kaliumbichromatlösung: 90 g reines  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ /Liter.

Ferroammonsulfatlösung: 159,9 g analysenreines, ferrisalzfrees MOHRsches Salz werden unter Zusatz von  $5\text{ cm}^3$  10 %iger Schwefelsäure zu 1 Liter gelöst.

<sup>1</sup> Bezugsquelle für Alphatrichter: Gebr. Buddeberg, Laboratoriumsbedarf, Mannheim A. 3. — An Stelle des Alphatrichters können *Glasfritfilter* Verwendung finden unter der Voraussetzung, daß sie ihrer Konstruktion nach genau auf das Ergebnis des Alphatrichters eingestellt sind.

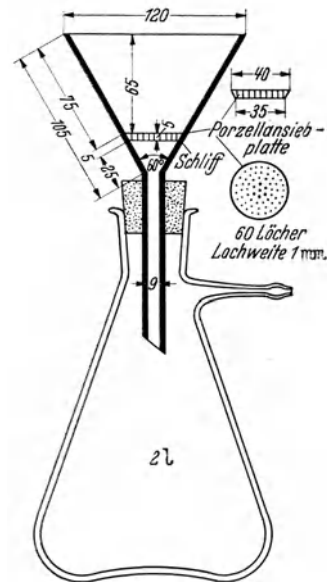
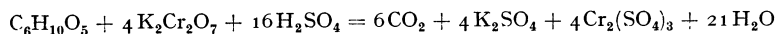


Abb. 297. Saugtrichter für die Bestimmung der Alphacellulose nach der Einheitsmethode des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure.

50 cm<sup>3</sup> des „Alphafiltrates“ werden in einem 500 cm<sup>3</sup>-ERLENMEYER-Kolben mit 6 cm<sup>3</sup> Kaliumbichromatlösung und darauf langsam und unter stetem Schütteln mit 50 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure (spez. Gew. 1,84) versetzt, wobei sich das Gemisch fast bis zum Sieden erhitzt. Es wird nun genau 3<sup>1</sup>/<sub>2</sub> min gekocht, <sup>1</sup>/<sub>2</sub> h erkalten gelassen, mit 50 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser in eine Porzellanschale übergeführt und mit Ferroammonsulfatlösung zurücktitriert, wobei der Endpunkt der Reaktion durch Tüpfeln mit Ferricyankalium festgestellt wird. Da nach der Oxydationsgleichung:



4 Mol Bichromat 1 Mol Cellulose entsprechen, errechnet sich der Gehalt an Gesamtalkalilöslichem (G) aus dem Bichromatverbrauch wie folgt:

$$G = \frac{1240 \cdot (a - b \cdot c)}{E \cdot t} \quad [\%];$$

*a* = vorgelegte Menge K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>-Lösung [cm<sup>3</sup>],

*b* = verbrauchte Menge Ferroammonsulfatlösung [cm<sup>3</sup>],

*c* = Gleichstellungsfaktor der Ferroammonsulfatlösung gegen die Bichromatlösung

(=  $\frac{\text{cm}^3 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{-Lösung}}{\text{cm}^3 \text{ Eisenlösung}}$ ) (vor jeder Titrationsreihe festzustellen),

*t* = Trockengehalt [in %],

*E* = Einwaage [in g].

c) **Bestimmung der Betacellulose.** Der Gehalt an Betacellulose ergibt sich als Differenz aus den Werten für Gesamtalkalilösliches und Gammacellulose (siehe d).

d) **Bestimmung der Gammacellulose.** 50 cm<sup>3</sup> des Alphafiltrates werden mit konzentrierter Essigsäure neutralisiert und dann durch Zugabe eines weiteren Kubikzentimeters Essigsäure angesäuert (Gesamtverbrauch etwa 10 cm<sup>3</sup>). Hierdurch wird die Betacellulose in feinverteiltem Zustande ausgefällt. Man erwärmt nun das Ganze zwecks besserer Koagulation des Niederschlages <sup>1</sup>/<sub>2</sub> h auf dem Wasserbad, filtriert durch ein Papierfilter und wäscht den Filtrerrückstand 5- bis 6mal mit heißem Wasser in der Weise aus, daß man das Filter jeweils etwa zur Hälfte füllt und vollständig leerlaufen läßt. Zu dem so erhaltenen Gesamtfiltrat (einschließlich Waschwasser) läßt man sodann in einem ERLENMEYER-Kolben von 500 cm<sup>3</sup> Inhalt aus einer Bürette genau 4 cm<sup>3</sup> der unter b angegebenen Kaliumbichromatlösung zufließen. Nach Zusatz von 50 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure (spez. Gew. 1,84) wird genau 3<sup>1</sup>/<sub>2</sub> min gekocht, <sup>1</sup>/<sub>2</sub> h erkalten gelassen und sodann das überschüssige Bichromat mit Ferroammonsulfat zurücktitriert. Die Ausführung der Titration und die Berechnung auf Gammacellulose (auf absolut trocknen Zellstoff bezogen) ist die gleiche wie bei der Bestimmung des Gesamtalkalilöslichen nach der oben unter b aufgeführten Vorschrift.

### Bestimmung des Gehaltes an Holzgummi<sup>1</sup>.

Als Holzgummi wird der unter bestimmten Versuchsbedingungen in 5%iger Natronlauge lösliche und mit Kaliumbichromat oxydierbare Anteil von Zellstoff verstanden.

*Erforderliche Lösungen.* 1,5 n Kaliumbichromatlösung, 0,1 n Natriumthio-sulfatlösung, 5%ige Jodkaliumlösung.

<sup>1</sup> Nach FAK-Merkbl. 9. — Bei dem von der Analysenkommission als Einheitsmethode festgelegten Verfahren handelt es sich um die von BUBEK beschriebene Arbeitsweise [Papierfabrikant 25 (1927) S. 617]. Es ist auch als schwedisches Einheitsverfahren festgesetzt mit dem geringen Unterschied, daß der Zellstoff vor der Alkalibehandlung nicht zerkleinert wird [Tekniska Meddelanden CCA 6 der Svenska Pappers- och Cellulosaingeniörsföreningen. Vgl. hierzu D. JOHANSSON: Papierfabrikant 40 (1942) S. 73 u. 81].

10 g lufttrockner, grob geraspelter Zellstoff werden in einer Pulverflasche mit 200 cm<sup>3</sup> 5 vol.-%iger Natronlauge von genau 20° übergossen und unter öfterem Umschütteln 2 h in einem Wasserbad von genau 20° gehalten. Anschließend wird auf einer passenden Porzellannutsche ohne Benutzung eines Papierfilters abfiltriert. Durch Zurückgießen des ersten Durchlaufes erzielt man ein faserfreies Filtrat. Die Fasermasse wird lediglich scharf abgesaugt und dabei mit einem Glasstopfen abgepreßt, jedoch nicht weiter ausgewaschen. 25 cm<sup>3</sup> des alkalischen holzgummihaltigen Filtrates werden in einen 250 cm<sup>3</sup>-Meßkolben pipettiert; dann werden aus einer Bürette 20,0 cm<sup>3</sup> 1,5 n Bichromatlösung (bei hochwertigem Zellstoffen genügen auch 10 cm<sup>3</sup>) und hierauf vorsichtig 35 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure (spezifisches Gewicht 1,84) zugesetzt. Unter mehrmaligem Umschütteln bleibt die Flüssigkeit 5 min stehen; sodann wird abgekühlt und der Kolben bis zur Marke aufgefüllt. Vom Kolbeninhalt werden 50 cm<sup>3</sup> in einen ERLÉNMEYER-Kolben pipettiert, 10 cm<sup>3</sup> 5%ige Jodkaliumlösung, die kein freies Jod enthalten darf und demnach farblos sein muß, zugesetzt und das ausgeschiedene Jod mit n/10 Thiosulfatlösung titriert.

Die in 25 cm<sup>3</sup> des Filtrates enthaltene Menge an alkalilöslichen Substanzen (c) berechnet sich aus der Menge 1,5 n K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>-Lösung, die für die Oxydation vorgelegt wurde (α), und der Menge n/10 Thiosulfat, die für das Zurücktitrieren des überschüssigen Bichromats erforderlich war (β), unter Berücksichtigung, daß 1 cm<sup>3</sup> n/10 K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>-Lösung 0,000675 g Alkalilöslichem entspricht:

$$c = (15\alpha - 5\beta) \cdot 0,000675 \quad [\text{g}].$$

Daraus ergibt sich der prozentuale, auf absolut trockne Substanz bezogene Holzgummigehalt (G) der Probe nach folgender Formel:

$$G = 8 \cdot 10^4 \cdot \frac{c}{ab} \quad [\%];$$

a = Einwaage [g lufttrocken],

b = Trockengehalt des Zellstoffes [%],

c = der in 25 cm<sup>3</sup> des Filtrats gefundene Holzgummigehalt.

### Bestimmung des Pentosengehalts („Tollens-Zahl“)<sup>1</sup>.

Der Pentosengehalt ist durch den als „Tollens-Zahl“ bezeichneten Furfurolwert charakterisiert, der nach der unten beschriebenen Konventionsmethode gefunden wird.

*Erforderliche Lösungen:*

13 gew.-%ige Salzsäure (spezifisches Gewicht 1,065 bei 20°),

5,95 gew.-%ige Natronlauge (1,58 n NaOH),

Ammoniummolybdatlösung (25 g/Liter),

Bromat-Bromidlösung (1,392 g KBrO<sub>3</sub> und 10 g KBr im Liter),

n/20 Natriumthiosulfatlösung.

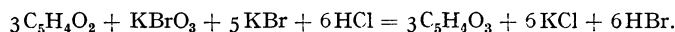
5 g lufttrockner, grob geraspelter Zellstoff werden in einem 300 cm<sup>3</sup> fassenden Destillierkolben mit 100 cm<sup>3</sup> der 13 gew.-%igen Salzsäure unter Zugabe von 20 g Kochsalz versetzt. Der Kolben ist mit einem kleinen Tropftrichter und

<sup>1</sup> Nach FAK-Merkbl. 9. Für die Bestimmung des Pentosans in Zellstoffen wurde als Einheitsmethode die von PÉRIER und GORTNER (Industr. Engng. Chem. **15**, S. 1167—1169 u. 1255—1262), sowie POWELL und WITAKER (J. Soc. chem. Ind. **43**, T. 35—36) vorgeschlagene und von KULLGREN und TYDÉN (Svenska Ingeniörsvetenskap-Academiens Handlingar 1929, Nr. 94) abgeänderte titrimetrische Methode festgesetzt. — Die schwedische Einheitsmethode läßt zur Bestimmung des mit 13%iger Salzsäure erhaltenen Furfurols sowohl eine Fällung mit Barbitursäure als auch das maßanalytische Verfahren nach KULLGREN und TYDÉN zu [Tekniska Meddelanden CCA 4; vgl. auch JOHANSSON: Papierfabrikant **40** (1942) S. 73 u. 81].

einem mit LIEBIG-Kühler verbundenen Destillierrohr versehen. Die Destillationszeit (Kochdauer) beträgt bei einer Destilliergeschwindigkeit von 25 cm<sup>3</sup> in 10 min im ganzen 120 min, wobei jeweils nach dem Überdestillieren von 25 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit erneut 25 cm<sup>3</sup> Säure der vorgenannten Konzentration durch den Tropftrichter zugegeben werden. Die Destillate (300 cm<sup>3</sup>) werden in einem Meßkolben von 500 cm<sup>3</sup> mit 13 gew.-%iger Salzsäure bis zur Marke aufgefüllt und gut gemischt.

Aus dem Meßkolben werden 100 cm<sup>3</sup> der Lösung entnommen und in einen etwa 500 cm<sup>3</sup> fassenden ERLÉNMEYER-Kolben gegeben. Unter Abkühlen setzt man 200 cm<sup>3</sup> der 5,95 gew.-%igen Natronlauge zu. Hierauf werden zu der noch schwach sauer reagierenden Flüssigkeit 10 cm<sup>3</sup> der Ammoniummolybdatlösung als Katalysator und 25 cm<sup>3</sup> der Bromid-Bromatlösung zugesetzt. Man stellt sodann den mit Korkstopfen verschlossenen ERLÉNMEYER-Kolben auf eine weiße Unterlage und beobachtet das Auftreten einer Gelbfärbung, die innerhalb 2 min, meist schon nach etwa  $\frac{1}{4}$  min, eintritt. Von diesem Zeitpunkt an gerechnet bleibt die Probe 4 min stehen, worauf 1 g festes gepulvertes Jodkalium zugesetzt wird. Nach sofortigem Umschütteln läßt man die Lösung noch 5 bis 10 min stehen. Nach Ablauf dieser Zeit wird das ausgeschiedene Jod mit n/20-Thiosulfatlösung und Stärkelösung als Indikator titriert.

Die Oxydation des Furfurols zu Brenzschleimsäure verläuft nach folgender Gleichung:



1 cm<sup>3</sup> n/20 Bromatlösung entspricht unter den vorliegenden Bedingungen 0,0024 g Furfurol. Daraus errechnet sich die gesamte Furfurolmenge in Prozenten, bezogen auf absolut trocken gedachten Stoff, nach der Formel:

$$G = \frac{(b - c) \cdot 5 \cdot 0,0024 \cdot 100}{a} \cdot \frac{100}{100 - f} \quad [\%];$$

- a* = Einwaage [g lufttrockner Stoff],  
*b* = vorgelegte Bromatlösung [cm<sup>3</sup>],  
*c* = verbrauchte n/20 Thiosulfatlösung [cm<sup>3</sup>],  
*f* = Feuchtigkeitsgehalt des Zellstoffes [%].

# Anhang.

## Vorschriften, Normen, Dienstsanweisungen.

- DIN/DVM 3411 Prüfung von Papier: Quadratmetergewicht — Dicke — Raumgewicht.  
DIN/DVM 3412 Prüfung von Papier: Zugversuch — Berstversuch — Falzversuch.  
DIN/DVM 3413 Prüfung von Papier: Luftdurchlässigkeit — Wasserdampfdurchlässigkeit.  
DIN 53414 Prüfung von Papier: Bestimmung der Tintenfestigkeit nach dem Federstrichverfahren.  
DIN/DVM 2117 Rohdachpappe.  
DIN/DVM 2118 Rohdachpappe, Wollfilzpappe, Prüfverfahren.  
DIN/DVM 2119 Wollfilzpappe.  
DIN/DVM 2121 Teerdachpappe, beiderseitig besandet.  
DIN/DVM 2123 Prüfung von Dachpappen (zugleich Ersatz für DIN/DVM 2130).  
DIN/DVM 2125 Teerdachpappen, einseitig besandet.  
DIN/DVM 2126 Nackte Teerpappen.  
DIN/DVM 2128 Bitumendachpappen mit beiderseitiger Bitumenschicht.  
DIN/DVM 2129 Nackte Bitumenpappen.  
DIN/DVM 2140 Teer-Sonderdachpappen und Teer-Bitumendachpappen, beide mit beiderseitiger Sonderdeckschicht.  
DIN 827 2. Ausgabe Aug. 1941. Normalpapier zur Verwendung bei Behörden.  
DIN 476 Papierformate.  
DIN 678 Briefhüllenformate.  
DIN 1831 Papier. Einfache Werkstoffprüfung.  
RAL 470 A Bezeichnungsvorschriften für Papiersorten.  
RAL 476 A Lieferbedingungen und Prüfverfahren für Kohlepapier.  
RAL 477 A Lieferbedingungen für RAL-Postpackpapier „Postpack“.  
RAL 478 A Lieferbedingungen und Prüfverfahren für Kofferhartplatten.  
RAL 478 B Bezeichnungsvorschriften, Lieferbedingungen und Prüfverfahren für Preßspan (—span).  
RAL 478 C 2 Lieferbedingungen und Prüfverfahren für Schuhpappen (Brandsohlenpappen, Gelenkpappen).  
VDE 0315/1935 Leitsätze für die Prüfung von Preßspan.  
DIN/VDE 600 Tafelpreßspan.  
DIN 40602 Rollenpreßspan.

„Lieferung und Verwendung von Papier“<sup>1</sup>. Rd.Erl. d. F.M., zgl. i. N. d. M. Präs. u. d. RM. (Preußen) vom 21. 1. 1942 (Preußisches Finanz-Ministerialblatt und Besoldungsblatt, 26. Jg., Nr. 2 (27. 1. 1942), Ausgabe A, S. 22.

Anordnung II/43 der Reichsstelle für Papier und Verpackungswesen. Herstellung und Verarbeitung von Papier, Karton und Pappe [Deutscher Reichsanzeiger und Preussischer Staatsanzeiger 1942, Nr. 300 (22. Dez. 1942)].

Richtlinien für den Neudruck von Wertpapieren der Zulassungsstelle an der Börse zu Berlin (April 1932).

Anweisungen der Reichsautobahnen für den Bau von Betonfahrbahndecken. Berlin 1939. II. Teil A I 5 Papierunterlage.

Verordnung des Reichsversicherungsamtes über die Einrichtung der Quittungskarten für die Invalidenversicherung vom 14. Febr. 1934 und 11. Juli 1938 (Amtliche Nachrichten für die Reichsversicherung 1934, Nr. 2 und 1938, Nr. 15)<sup>2</sup>.

Normen für Sackpapier der Sackpapierkommission des Deutschen Zement-Bundes vom 24. 2. 1926 (HERZBERG: Papierprüfung, VII. Aufl., S. 316).

Vorschriften für Sackpapier für die Verpackung von Thomasmehl. Erlaß des Reichsarbeitsministers vom 10. Dez. 1934 [Reichsarbeitsblatt 14. Jg. (N.F.) 1934, Nr. 35. I 277].

Bestimmungen des Deutschen Eisenbahn-Verkehrsverbandes über Einheitspackungen. Ausgabe April 1936 (Druckschrift 636 des deutschen Eisenbahn-Verkehrsverbandes).

<sup>1</sup> Betrifft DIN 827, 2. Ausgabe Aug. 1941 (Normalpapier zur Verwendung bei Behörden).

<sup>2</sup> In Abänderung der obengenannten Vorschriften ist der Quittungskarton zur Zeit aus höchstens 40% Holzzellstoff (nicht besser als Ib) und mindestens 60% holzfreiem Altpapier herzustellen. Die für die Reißlänge und Dehnung vorgeschriebenen Werte dürfen bis zu 10% unterschritten werden.

Merkblatt Nr.	Prüfmethoden des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure
------------------	--

a) *Chemische, physikalisch-chemische und physikalische Verfahren.*

- |    |   |
|----|---|
| 1  | Zur Charakteristik von Zellstoffen  |
| 2  | Härtebestimmung ungebleichter Sulfit- und Natronzellstoffe  |
| 3  | Einheitsmethode für die Bestimmung des Ligningehaltes ungebleichter und gebleichter Zellstoffe  |
| 4  | Einheitsmethoden für Probenzerkleinerung sowie für die Bestimmung der Feuchtigkeit, Stoffdichte und des Aschengehaltes von Zellstoffen    |
| 5  | Bestimmung des Harz- und Fettgehaltes in Zellstoffen  |
| 6  | Einheitsmethoden für die Bestimmung des Alkoholextraktes und die Zerlegung von Harzextrakten in Unverseifbares, Fettsäuren und Harzsäuren |
| 7  | Einheitsmethoden für die Bestimmung der Alphacellulose, des Gesamtalkalilöslichen sowie der Beta- und Gammacellulose                      |
| 8  | Einheitsmethode für die Bestimmung der Kupferzahl von Zellstoffen   |
| 9  | A. Bestimmung von Holzgummi in Zellstoffen,<br>B. Penstosanbestimmung („Tollens-Zahl“)  |
| 10 | Einheitsmethoden für die Bestimmung der Quellungskriterien  |
| 11 | Einheitsmethode für die Bestimmung der Xanthogenatviskosität  |
| 12 | Einheitsmethode für die Bestimmung der Kupferamminviskosität  |
| 13 | Einheitsmethode für die Beurteilung von Zellstoffen hinsichtlich ihrer mechanischen Pergamentierfähigkeit                                 |
| 15 | Der mikroskopische Harznachweis in Zellstoff  |
| 18 | Prüfung von Zellstoff auf Neigung zum Vergilben   |
| 19 | Die Bestimmung der Leimfestigkeit bzw. Wasserdurchlässigkeit von Papieren (außer Schreibpapieren)   |
| 20 | Die Prüfung von Schreibpapieren mittels der Federstrichprobe  |
| 21 | Schnellmethode zum gleichzeitigen qualitativen Nachweis von Holzschliff, ungebleichtem und gebleichtem Zellstoff                          |
| 22 | Prüfung von Zellstoffen auf sog. schädliches Harz   |
| 23 | Standardisierte Farbstoffe für die Faserstoffanalyse  |
| 25 | Ergänzung des Sortiments standardisierter Farbstoffe für die Faserstoffanalyse  |
| 27 | Bestimmung der Saugfähigkeit von Zellstoffwatte   |

b) *Zellstoff-Festigkeitsprüfung.*

- |     |   |
|-----|---|
| 101 | Geschichtlicher Abriß der Entwicklung   |
| 102 | Theoretische Grundlagen   |
| 103 | Lagerung des Zellstoffes und Vorbereitung desselben für die Festigkeitsprüfung  |
| 104 | Zerfaserung des Zellstoffes für die Festigkeitsprüfung im ungemahlten Zustand (non beating test)  |
| 105 | Mahlung des Zellstoffes   |
| 106 | Egalisieren des gemahlten Stoffes und Mengenverteilung  |
| 107 | Mahlgradprüfung:<br>I. Mahlgrad nach SCHOPPER-RIEGLER (SR) als Einheitsmethode,<br>II. Entwässerungszeit mit „Rapid-Köthen“ (RK) für besondere Zwecke |
| 108 | Blattherstellung  |
| 109 | Klimatisierung der Prüfblätter  |
| 110 | Aufteilen und Schneiden der Prüfblätter   |
| 111 | Prüfung der klimatisierten Prüfblätter auf:<br>I. Quadratmetergewicht<br>II. Dicke<br>III. Raumgewicht<br>IV. Trockengewicht                          |
| 112 | Prüfung der klimatisierten Blätter auf:<br>I. Zugfestigkeit<br>II. Berstfestigkeit<br>III. Falzfestigkeit<br>IV. Durchreißfestigkeit                  |
| 113 | Darstellung der Ergebnisse  |

c) *Holzschliffprüfung.*

- |     |   |
|-----|---|
| 201 | Vorschlag für ein deutsches Standardverfahren zur Gütebeurteilung von Holzstoffen |
|-----|---|

Blatt	Prüfmethoden der Fachgruppe Chemische Herstellung von Fasern
Zst 1	Bestimmung der Filtrationskonstanten an Zellstoffen
Zst 2*	Vorschrift für die Herstellung genormter Viskose
Zst 3	Bestimmung der Dicke, des m <sup>2</sup> -Gewichtes, der Quellung und der Laugen- aufnahme von Zellstoff
Zst 4*	Methode zur Bestimmung der Kupferviskosität an Zellstoffen
Zst 5	Bestimmung der Xanthogenat-Viskosität von Zellstoffen
F Chem 2	Bestimmung des Polymerisationsgrades von Cellulose (nach STAUDINGER)
F Chem 2 a	Bestimmung des Polymerisationsgrades von Cellulose (nach STAUDINGER), Schnell-Löse-Verfahren

## Amtlich zugelassene Normal-Wasserzeichen, die beim Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem eingetragen sind.

Normal-Wasserzeichen <sup>1</sup>	Firma
Alfeld-Gronau	Hannoversche Papierfabriken Alfeld-Gronau vormals Gebr. Woge in Alfeld/Leine
Papierfabrik Alling	Papierfabrik Unterkochen G. m. b. H. in Unterkochen
Bautzner Papierfabriken	Vereinigte Bautzner Papierfabriken in Bautzen
Beckh Soehne Faurndau	Carl Beckh Söhne in Faurndau bei Göppingen, Württb.
Bohnenberger u. Cie. Niefern	Bohnenberger u. Cie., G. m. b. H. in Niefern in Baden
Brückner u. Co. Calbe a/S	Brückner u. Co. in Calbe/Saale
Papierfabrik zum Bruderhaus Dettingen bei Urach	Papierfabrik zum Bruderhaus in Dettingen-Erms bei Urach/Württemberg
Gebr. Buhl A-G Ettlingen	Gebrüder Buhl, Papierfabriken AG. in Ettlingen/Baden
Coeslin	Papierfabrik Köslin, Aktiengesellschaft in Köslin
Oscar Dietrich Weißenfels	Oscar Dietrich, G. m. b. H. in Weißenfels
G. Drewsen	Georg Drewsen, Feinpapier-Fabriken Lachendorf u. Celle AG. in Lachendorf bei Celle
Gebr. Ebart Spechthausen	Papierfabrik Spechthausen, Aktiengesellschaft in Spechthausen bei Eberswalde
Eichberger Papierfabrik	Eichberger Papierfabrik R. v. Decker, Kommandit- Gesellschaft in Eichberg/Riesengebirge
Eichmann & Co. Arnau a/Elbe	Eichmann u. Co. in Arnau a. Elbe
Elbemühle Arnau	Vereinigte Papier-, Cellulose- und Holzstoff-Fabriken der „Prager Elbemühl“ AG. in Arnau/Sudetengau
Elberfelder Papierfabrik	Elberfelder Papierfabrik AG. in Wuppertal-Elberfeld
Eppen Winsen	Papierfabrik J. H. Eppen, Aktiengesellschaft in Winsen/Luhe
Ferdinand Flinsch Freiburg	Ferdinand Flinsch in Freiburg i. Br.
Fockendorf Simonius	Papierfabrik Fockendorf, Aktiengesellschaft in Focken- dorf/Thür.
Papierfabrik Gauting	Papierfabrik Gauting, Dr. Haerlin u. Söhne in Gauting, Oberbayern
Papierfabr. Gmund	Maschinen- u. Büttenpapierfabrik Gmund in Gmund am Tegernsee/Oberbayern
H. Gossler Frankeneck	Heinrich Gossler, Papierfabrik G. m. b. H. in Franken- eck, Rheinpfalz

\* 2. Ausgabe, November 1942.

<sup>1</sup> Außer dem Firmenzeichen des Herstellers enthalten die Wasserzeichen das Wort „Normal“ mit dem Zeichen der Verwendungsklasse.



Normal-Wasserzeichen	Firma
I. I. Gossler 1893 Frankeneck Hasseröder Papierfabrik und Heidenauer Papierfabrik C. Haug & Cie. Louisenthal	Papierfabrik Scheufelen in Oberlenningen, Württemb. Werk Frankeneck/Rheinpfalz Heidenauer Papierfabrik Aktiengesellschaft in Heidenau, Bez. Dresden
Papierfabrik Hegge	Papierfabrik Louisenthal C. Haug u. Co. in Louisen- thal, Post Gmund am Tegernsee Aktiengesellschaft Papierfabrik Hegge in Hegge bei Kempten/Bayern
Hoffmann & Engelmann A.-G. Neustadt Haardt Gebr. Hoffsummer Düren Hohenkrug	Hoffmann u. Engelmann Aktiengesellschaft in Neustadt a. d. Haardt Gebr. Hoffsummer, G. m. b. H. in Düren/Rhld. Feldmühle, Papier- und Zellstoffwerke Aktiengesell- schaft
Patent-Papier-Fabrik Hohenofen	Patent-Papier-Fabrik Hohenofen G. m. b. H. in Hohen- ofen bei Neustadt a. Dosse
Hugo Hoesch Koenigstein i/S und Hugo Hoesch Koenigstein/Elbe Hillegossen	Hugo Hösch in Königstein/Elbe
Illig Papierfabrik Eberstadt Papierfabrik Kieppenmuehle Leykam-Josefsthal Wien	Feldmühle, Papier- und Zellstoffwerke Aktiengesell- schaft Illig'sche Papierfabrik in Eberstadt bei Darmstadt Poensgen u. Co. Akt.-Ges. in Berg.-Gladbach Leykam-Josefsthal Actiengesellschaft für Papier- und Druck-Industrie
Marggraff Wolfswinkel	Siemens-Schuckertwerke Aktiengesellschaft Papierfa- brik Wolfswinkel in Finow-Wolfswinkel bei Ebers- walde
Muller & Schimpf Gengenbach München Dachau	Müller u. Schimpf in Gengenbach/Baden München Dachauer Papierfabriken Heinrich Nicolaus in München
Neusiedler Wien	Neusiedler Aktien-Gesellschaft für Papierfabrikation in Wien
Neusser Papierfabrik	Neusser Papier- und Pergamentpapierfabrik AG. in Neuss a. Rh.
Papierfabrik Niederkaufungen Nossener Papierfabriken Penig und Penig-Wilischthal Gebrüder Rauch Heilbronn und Rauch, Heilbronn	Industriewerke Robert Weber Drentwede, Bez. Bremen Nossener Papierfabriken G. m. b. H. in Nossen i. Sa. Patentpapierfabrik zu Penig in Penig/Sa. Gebrüder Rauch AG. in Heilbronn a. N.
Papierfabrik Sacrau Papierfabrik Salach-Süssen M. Schachenmayr, Kempten und	Papierfabrik Sacrau G. m. b. H. in Breslau Papierfabrik Salach in Salach/Württbg. M. Schachenmayr'sche Papierfabrik in Kempten/Allgäu
M. Schachenmayr'sche Papier- fabrik Kempten	
Papierfabrik Schnabelsmühle B. Gladbach	J. W. Zanders in Berg.-Gladbach
Felix Heinr. Schoeller Düren Schoeller Gretesch und	Felix Heinr. Schoeller in Düren/Rheinld. Felix Schoeller Jr. in Burg Gretesch, Post Lüstringen bei Osnabrück
F. Schoeller Jr. Gretesch	
H. A. Schoeller Soehne Dueren Hugo Albert Schoeller Düren Schoeller u. Bausch Neu-Kaliss	Heinr. Aug. Schoeller in Düren/Rheinld. Hugo Albert Schoeller G. m. b. H. in Düren/Rheinld. Felix Schoeller u. Bausch in Neu-Kaliss-Südwestmeck- lenburg
Schroeder Golzern	Schroeder'sche Papierfabrik Gebr. Schroeder in Golzern/Mulde
Papierfabrik Sebnitz A.G. Siegel u. Haase Grünhainichen	Papierfabrik Sebnitz Aktiengesellschaft in Sebnitz/Sa. Siegel u. Haase in Grünhainichen/Sa.

Normal-Wasserzeichen	Firma
Sieler u. Vogel Papierfabrik Golzern	Sieler u. Vogel, Leipzig, Berlin, Hamburg, Inhaber der Schroeder'schen Papierfabrik Gebr. Schroeder in Golzern/Sa.
I. P. Sonntag Emmendingen Louis Staffel Witzenhausen und Louis Staffel Oberschmitt Paul Steinbock Frankfurt a. O.	I. P. Sonntag G. m. b. H. in Emmendingen, Baden Louis Staffel in Witzenhausen, Bez. Kassel
Steinhagen u. Saenger	Paul Steinbock Papier- und Cellulose-Fabrik Aktien- gesellschaft in Frankfurt/Oder
Steyrermühl Joh. Sutter Schopfheim Temming Glückstadt	Steinhagen u. Saenger Cellulose- und Papierfabriken Aktiengesellschaft in Leslau (Warthegau) Papierfabrik Steyermühl in Steyermühl O.-D. Joh. Sutter Papierfabrik A.-G. Schopfheim, Baden Peter Temming Aktiengesellschaft in Glückstadt/Hol- stein
Thode Hainsberg	Thode'sche Papierfabrik Aktiengesellschaft zu Hainsberg in Hainsberg/Sa.
Papierfabrik Unterkochen	Papierfabrik Unterkochen G. m. b. H. in Unterkochen, Württemb.
Varzin	Varziner Papierfabrik in Hammermühle, Reg.-Bez. Köslin
Jul. Vorster Ges. m. b. H. Hagen W Papierfabrik Walzmühle bei Düren	Jul. Vorster Papierfabrik Ges. m. b. Haftung in Hagen i. Westf. Felix Heinr. Schoeller in Düren/Rheinld.
Papierfabrik Weissenborn	Freiberger Papierfabrik zu Weissenborn in Weissenborn Amtsh. Freiberg/Sa.
Papierfabrik Weissenstein	Papierfabrik Weissenstein AG. in Pforzheim- Dillweissenstein/Baden
Papierfabrik Wertheim Wiede u. Söhne Trebsen Wiedes Papierfabrik Rosenthal	Industriewerke Robert Weber Drentwede Bez. Bremen Wiede u. Söhne in Trebsen/Mulde Wiede's Papierfabrik Rosenthal G. m. b. H. in Rosen- thal-Reuss
J. W. Zanders B. Gladbach	I. W. Zanders in Berg.-Gladbach

## Namenverzeichnis.

- Abbe** 26.  
**Abrams, A. u. G. J. Brabender** 103, 235.  
 — u. **Chilson** 231.  
**Adams, F. W. u. J. J. Bellows** 179.  
**Akker, J. A. van den, Ph. Nolan, A. G. Dresfield u. H. F. Heller** 211.  
**Albrecht, K.** 28.  
 — **J.** 204.  
 — **U.** 107, 197, 204.  
**Alexander, C.** 38.  
 — **C., D. O. Jones, T. W. Roß u. H. Wyalt Johnston** 303.  
**Anker, Chr., K. Haug u. E. Stephansen** 55.  
**Ant-Wuorinen, O. S. u. A. S. Backman** 272, 274.  
**Arndt, W.** 255.  
**Ashcroft** 147.  
  
**Backman, A. S. u. O. S. Ant-Wuorinen** 272, 274.  
 — u. **G. K. Bergman** 296, 298.  
 — u. **H. Roschier** 98, 99.  
**Bade, O. u. S. Samuelsen** 338.  
**Baird, P. K., C. O. Seborg u. F. A. Simmonds** 104.  
**Bakker** 287.  
**Bamberger, M. u. R. Benedikt** 56.  
**Bandel, G.** 67, 73.  
**Barber, F. G. u. F. C. Peterson** 336.  
**Bartsch, C.** 34, 246.  
**Bauer, O., O. Krönke u. G. Masing** 91.  
**Beadle, C. u. H. Stevens** 56, 221.  
**Beck, H.** 230.  
**Beckh, A.** 80.  
**Behrens, H.** 31, 46.  
**Bekk, A.** 182, 212, 244, 248, 249, 272, 273, 274, 277.  
**Bellows, J. u. F. W. Adams** 179.  
**Bendtsen, C. S.** 251.  
**Benedikt, R. u. M. Bamberger** 56.  
**Benninger, F.** 7.  
**Berg, L.** 231.  
**Bergmann, G. K.** 142, 144, 172.  
 — u. **A. S. Backman** 296, 298.  
**Berndt, K.** 82, 84, 181, 182.  
**Bevan, E. I., C. F. Cross u. Briggs** 56.  
  
**Beyschlag, R.** 12.  
**Bicking, G. W., M. B. Shaw u. M. J. O'Leary** 284.  
**Bierett, G. u. B. Schulze** 151, 152.  
**Blikstad, F. S. u. W. Brecht** 140, 177.  
**Boast, W. H.** 45.  
**Böhringer, H.** 137.  
**Boerner, Chr.** 109, 184.  
**Bohm** 292.  
**Bolz, F. u. A. Noll** 347, 372.  
 — **A. Noll u. H. Fiedler** 372.  
**Bongards, H.** 113.  
**Boos, W. u. K. Dittrich** 295.  
**Booys, J. de u. H. L. Bredée** 357.  
**Brabender, J.** 230, 235.  
 — u. **A. Abrams** 103, 235.  
**Braidy** 373.  
**Brainerd, F. W.** 303.  
**Braukmeyer, R. u. Fr. Bühl** 73.  
**Bray, M. W. u. J. St. Martin** 180.  
**Brecht, W.** 249, 296, 318.  
 — u. **F. S. Blikstad** 140, 177.  
 — u. **E. Helmer** 57.  
 — u. **M. Holl** 303, 315, 338.  
 — u. **O. Imset** 169, 171, 172, 308.  
 — u. **E. Liebert** 108, 196, 197, 200, 204, 206.  
 — u. **R. Michaelis** 279, 280.  
 — **R. Michaelis u. H. Schröter** 103, 109, 139.  
 — u. **H. Mory** 297, 298, 299.  
 — **F. Schmid u. R. Vieweg** 105.  
 — u. **R. Süttinger** 6, 338.  
 — u. **W. Staedel** 250, 251, 291.  
 — u. **R. Trentschel** 295, 304, 338.  
**Bredée, H. L. u. P. H. Hermans** 363.  
 — u. **J. de Booys** 357.  
**Briggs, Cross u. Bevan** 56.  
**Bright, C. G.** 43.  
**Browning, B. L. u. R. K. W. Ulm** 82, 85.  
**Bubek, H.** 376.  
**Bühl, Fr. u. R. Braukmeyer** 73.  
**Burgstaller, F.** 69, 75, 109, 110, 121, 122, 144, 146, 147.  
 — u. **R. Korn** 165.  
 — u. **H. Sommer** 146.  
  
**Cable, D. E.** 336.  
**Cameron, F. K.** 310.  
**Campbell, J. u. R. A. Masten** 251.  
**Calkin, I. B.** 298.  
**Carlsson, G. E.** 274.  
**Carpenter, L. A., C. C. Heritage u. E. R. Schafer** 179.  
**Carson, F. T.** 108, 128, 194, 203, 204, 216, 236, 239, 242, 244.  
 — **Houston u. Kirkwood** 108, 151.  
 — u. **L. W. Snyder** 159.  
 — u. **F. V. Worthington** 152, 211.  
**Chilson, G. J. u. A. Abrams** 231.  
**Clark, J. d'A.** 171, 180, 310, 318, 336.  
 — u. **Wooten** 90.  
**Codwise, P. W.** 211.  
**Coghill, J.** 336.  
**Cornely u. Wiesdorf** 181.  
**Coulon u. Godeffroy** 54.  
**Crolard** 180.  
**Cross, C. F., E. I. Bevan u. I. F. Briggs** 56.  
**Curran, C. E. u. R. H. Doughty** 336.  
**Czapski** 26.  
  
**Dalén, G.** 93, 94, 95, 96, 135, 143, 144, 147, 149, 159, 164, 219, 242, 307, 317.  
 — u. **G. Wisbar** 17.  
**Dierkes, G.** 336.  
**Dittrich, K. u. W. Boos** 295.  
**Dolmetsch, H. u. F. Reinecke** 360.  
**Doughty, R. H. u. C. E. Curran** 336.  
**Drechsel, W.** 204.  
**Dresfield, A. G., J. A. van den Akker, P. Nolan u. H. F. Heller** 211.  
**Dresler, H.** 259, 269.  
  
**Eckenstam, af, Alf** 360, 372  
**Eckert, E. u. P. Wulff** 188  
**Eddy** 147  
**Edge, S. R. H.** 344.  
**Edwards u. Pickering** 231.  
**Eggert, J. W.** 351.  
**Ellern-Eichmann, H.** 336.  
**Elmendorf** 169, 170.  
**Emanueli** 244.  
**Engert u. Vanino** 363.  
**Ennevara, E.** 351.

- Enßlinger, I. 225.  
 Esch, W. 73.  
 — u. R. Nitsche 34.  
 Euler, W. 231.  
 Ewald 180.
- Fabel, K. 351.  
 Fenchel, K. 142, 191.  
 Filz, F. R. 44.  
 Finkener 54.  
 Fiedler, H., A. Noll u. F. Bolz 372.  
 Flaskämpfer 278.  
 Flemming, H. 248.  
 Flügge, J. u. R. Kempf 252.  
 Fotieff 139.  
 Franke, F. u. F. Müller 55.  
 Freudenberg, K. 2, 350.  
 Freundlich, H. 233.  
 Frey-Wyssling, A. 3.
- Ädicke, J. 53.  
 Gintl 289.  
 Godefroy u. Coulon 54.  
 Göhde, K. 190.  
 Goethel, E. u. B. Schulze 40.  
 Goldsmid, P. u. L. Vidal 25.  
 Gottstein 53.  
 Gortner u. Pervier 377.  
 Graff, J. H. 36, 48, 50.  
 Grant, J. 211.  
 Grund, E. 138, 313, 336.  
 — u. M. Steinschneider 307, 337.  
 — u. H. Weidenmüller 336.  
 Günther, O. F. 127, 147, 307.  
 Gurley 182.
- Hägglund, E. 9, 51, 54, 56, 373.  
 Hager 26.  
 Hagemann, B. u. G. Schwarz 291.  
 Hahn, M. u. A. Noll 42.  
 Hall, G. 243, 311.  
 — u. S. Köhler 89, 285.  
 Haller, R. 75.  
 Halse, O. M. 55.  
 Hamburger, T. 192.  
 — u. E. H. Riesenfeld 55, 125, 180, 192, 276.  
 Hammond, J. 197, 204, 272.  
 Hanausek, E. 11, 14, 15, 16, 301.  
 Hansen, G. 263.  
 Harders-Steinhäuser, M. u. G. Jayme 13, 15, 16, 301, 302.  
 Harris 147.  
 Hartig, E. 129, 130, 131, 154.  
 Harvey, R. A. 231.  
 Hatschek, E. 351.  
 Haug, K. 85.  
 —, Anker, Chr. u. E. Stephansen 55.  
 Haury, F. 163, 336.  
 Hauser, F. 29.
- Heermann, P. 57, 75.  
 — u. A. Herzog 31.  
 Heller, H. F., J. van den Akker, A. G. Dresfield u. P. Nolan 211.  
 Hengstenberg u. H. Mark 2.  
 Henning, Th. 28, 196.  
 Heritage, C. C., E. R. Schafer u. L. A. Carpenter 179.  
 Hermans, P. H. u. H. L. Breddée 363.  
 Herzberg, W. 15, 22, 23, 53, 59, 138, 139, 195, 198, 202, 221, 285, 302.  
 Herzog, A. 8, 23, 27, 28, 31, 33, 60, 69, 127, 302.  
 — u. P. Heermann 31.  
 Heß, K. 2.  
 Heuser, E. u. R. Sieber 53.  
 Hillmer, A. u. P. Praetorius 221.  
 Hilz, H., K. G. Jonas u. H. Kross 336.  
 Hochberger, E. u. E. Opfermann 76.  
 Höfer, H. 14, 301.  
 Höhnel, F. v. 18, 31.  
 Hölder, F. R. u. A. Noll 56, 372.  
 Hoffmann-Jacobsen, P. M. 307, 336.  
 Holl, M. u. W. Brecht 303, 315, 338.  
 Holmberg, B. 344.  
 Holwech, W. 218, 231.  
 Houston, I. H. 143, 150, 170.  
 —, F. T. Carson u. Kirkwood 108, 151.  
 Hoyer, Egb. 139.  
 Hueter 248.  
 Humm, W. 307.  
 Hurum 304.
- Imai, H. 20.  
 Imgrund, L., M. Steinschneider u. H. Kross 295, 337.  
 Imset, O. u. W. Brecht 169.  
 Institut für Druck- und Reproduktionstechnik 273, 277.
- Jarrel, T. D. 103.  
 Jayme, G. 297, 298, 308, 333, 336.  
 — u. M. Harders-Steinhäuser 13, 15, 16, 301, 302.  
 —, W. KlauDitz u. P. Sarten 336.  
 — u. Lochmüller-Kerler 336.  
 — u. S. Mo 336.  
 — u. H. Pfretschner 42, 336.  
 — — u. Ditz 24.  
 — u. L. Rothamel 336.  
 — u. G. Schwab 336.  
 — u. R. Steinmann 347, 349.
- Jenckel, E. u. F. Woltmann 233.  
 Jenke, H. 38.  
 Jehtgen, H. 374.  
 Johansson, D. 308, 336, 370, 372, 373, 376, 377.  
 Johnston, H. Wyalt, G. D. O. Jones, C. Alexander u. T. W. Roß 303.  
 Jonas, K. G. 336, 368.  
 —, H. Kross u. H. Hilz 336.  
 — u. E. Rieth 336.  
 Jones, G. D. O. 249.  
 —, H. Wyalt Johnston, C. Alexander u. T. W. Roß 303.  
 Judd, D. B. 263.  
 Jungkunz u. Pritzker 190.  
 Jurisch, J. u. H. Staudinger 12, 350.
- Kaëß, G. 225, 233, 236.  
 Kametaro Ohara 20.  
 Kantrowitz, M. S. u. R. H. Simmons 44.  
 Karsten, A. u. A. Kufferath 82.  
 Karstens, H. u. O. Winkler 242.  
 Kéler, v. u. G. Lunge 288.  
 Kempf, R. u. J. Flügge 252.  
 Kienitz, A. u. W. KlauDitz 336.  
 Kienzl, H. 163.  
 Kirchner, E. 158, 182, 301.  
 Kirchner, U. u. G. Strecker 311.  
 Kirkpatrick 275.  
 Kirkwood, J. H. Houston u. F. T. Carson 108, 151.  
 KlauDitz, W. 336.  
 — u. K. Berling 337.  
 —, G. Jayme u. P. Sarten 336.  
 — u. A. Kienitz 336.  
 —, F. Schütz u. P. Winterfeld 351.  
 Klein, A. St. 318.  
 Kleinschmidt, E. 113.  
 Klem, Per 304.  
 Klemm, Paul 38, 40, 41, 45, 46, 49, 53, 93, 94, 100, 105, 128, 193, 195, 196, 202, 203, 204, 216, 217, 255, 282, 284, 287, 288, 290, 291, 313.  
 Klingstedt, F. W. 344.  
 Klughardt, A. 252, 264, 265.  
 Köhler, S. 109.  
 — u. G. Hall 89, 285.  
 Kollmann 195.  
 Kometani, M. 287.  
 Konopatzky G. 344.  
 Korn, R. 37, 38, 40, 53, 55, 56, 97, 127, 137, 294, 318.  
 — u. Ch. Boerner 184.  
 — u. F. Burgstaller 165.  
 — u. K. Pietrzyk 44.

- Korn, R. u. R. Sonderhoff 224.  
 — u. B. Schulze 57.  
 Krätschmar, W. 78.  
 Kraiss, P. 124, 306.  
 Kratky, O. 2.  
 Kratz, L. 83.  
 Krempel, W. 231.  
 Kreß, O. u. I. A. Mose 344.  
 — u. R. O. Ragan 344.  
 Kroß, H., M. Steinschneider  
 u. L. Imgrund 295, 337.  
 —, K. G. Jonas u. H. Hilz 336.  
 Krull, H. u. Mandelkow 55, 56.  
 Krüger, D. 1.  
 — u. F. Oberlies 25, 58.  
 — u. E. Tschirch 73.  
 Küng, A. 351.  
 — u. E. Seger 357.  
 Kufferath, A. 117.  
 — u. A. Karsten 82.  
 Kullgren, C. u. H. Tydén 377.  
 Kumichl, W. 360.
- Lambertz, A. u. B. Schulze** 91.  
 Lampén 311.  
 Laroque, G. L. 272.  
 Laube 337.  
 Launer, H. F. 85.  
 Lederer, Ph. u. I. Marcusson  
 65.  
 Lehmann-Oliva, W. 226, 229,  
 231, 233.  
 Lenz 278.  
 Leonhardi 194.  
 Leuner, O. 131.  
 Liebert, E. 199, 200.  
 — u. W. Brecht 108, 196, 197,  
 200, 204, 206.  
 Liesegang, R. E. 216.  
 Lofton, R. H. u. M. F. Merritt  
 39.  
 Lottermoser, A. u. F. Wultsch  
 360.  
 Lüdtke, M. 1, 2.  
 Lüttgen, A. J. 337.  
 Lummerer u. Reiche 26.  
 Luti, J. J. L. 109.
- Mandelkow u. H. Krull** 55, 56.  
 Mandl, K. 154, 178.  
 Manegold, E. 236.  
 — u. K. Solf 207, 236, 237,  
 244.  
 Marcusson, I. u. Ph. Lederer 65.  
 Mark, H. 350.  
 — u. Hengstenberg 2.  
 Martens, A. 20, 148.  
 Martin, I. St. u. M. W. Bray  
 180.  
 Martini, C. 231.  
 Masten, R. A. u. J. Campbell  
 251.  
 Maximowitsch 257.  
 Mc Adam, D. L. 263.  
 Mc Gregor u. C. W. Morden  
 337.
- Mc Kee u. Shottwell 107.  
 Meister, E. u. G. Foeth 303.  
 Merritt, M. F. u. R. H. Lofton  
 39.  
 Merz 54.  
 Metzner 26.  
 Michaelis, R. u. W. Brecht 279,  
 280.  
 —, W. Brecht u. H. Schröter  
 103, 109, 139.  
 Micoud, H. 180, 255.  
 Minor, J. 284, 285, 286.  
 — u. I. F. Reardon 60.  
 Mo, S. u. G. Jayme 336.  
 Moore, W. F. 336.  
 Morawski 59.  
 Morch, O. 337.  
 Morden, C. W. u. G. H. Mc  
 Gregor 337.  
 Morrison 147.  
 Mory, H. u. W. Brecht 297,  
 298, 299.  
 Mose, L. A. u. O. Kreß 344.  
 Mühlsteph, W. 337.  
 Müller, A. 54.  
 — H. 15.  
 — F. u. F. Franke 55.  
 Munds, E. 82, 85, 318.
- Nägeli, C. von** 2.  
 Nagel, W. u. A. Noll 246.  
 Nagl, H. 170.  
 Narayanamurti, N. 226, 228,  
 231, 233.  
 Naumann, M. 182.  
 — H. 32.  
 Neugebauer, H. E. J. 268.  
 Neumann u. Schluttig 194.  
 Nickel, W. 94, 124.  
 Nietzsche, R. u. W. Esch 34.  
 Nolan, Ph., J. A. van den Ak-  
 ker, Dresfield u. H. F. Hel-  
 ler 211.  
 Noll, A. 45, 199, 200, 337, 344,  
 367, 370.  
 — u. F. Bolz 347, 372.  
 — — u. H. Fiedler 372.  
 — u. M. Hahn 42.  
 — u. F. R. Hölder 56, 372.  
 — u. W. Nagel 246.  
 — u. K. Preiß 203, 211, 216.  
 Noß, F. u. H. Sadler 40.  
 — u. H. Salvaterra 292.
- Oberlies, F. u. D. Krüger** 25,  
 58.  
 Obermiller 117, 118.  
 Oehlinger, S. 32.  
 Oeman, E. 357.  
 Ohl, F. 72.  
 O'Leary, M. J., M. B. Shaw  
 u. G. W. Bicking 284.  
 Onofry 15.  
 Opfermann, E. u. E. Hoch-  
 berger 76.
- Opfermann, E. u. G. Rutz 12.  
 Ostwald, W. 264.
- Paris, P.** 225.  
 Paul, W. 35.  
 Pavleka, K. u. G. Teschner  
 142.  
 Pervier u. Gortner 377.  
 Peterson, F. C. u. F. G. Bar-  
 ber 336.  
 Pfretschner, H. u. G. Jayme  
 42, 336.  
 Pfuhl, E. 158.  
 Pickering u. Edwards 231.  
 Pietrzyk, K. u. R. Korn 44.  
 Possanner v. Ehrenthal, B.  
 7, 176, 236, 279, 336, 337.  
 — u. E. Unger 307, 308, 337.  
 Post, J. 194.  
 Potts, T. 170.  
 Powell u. Whittaker 377.  
 Praetorius, P. u. A. Hillmer  
 221.  
 Preiß, K. u. A. Noll 203, 211,  
 216.  
 Pritzker u. Jungkunz 190.
- Ragan, R. O. u. O. Kreß** 344.  
 Raitt 15.  
 Rasch, H. 282, 284.  
 Rath, H. 70.  
 Reardon, I. F. u. J. Minor 60.  
 Reiche u. Lummer 26.  
 Reiff, K. 12.  
 Reimers, H. 2.  
 Reinecke, F. u. H. Dolmetsch  
 360.  
 Reinert, G. G. 32.  
 Rendall 248.  
 Renker 52, 54.  
 Röss, H. 255, 256, 257.  
 Rész 124.  
 Reuleaux 129.  
 Reusch 131.  
 Rhese 147.  
 Richter, E. 337.  
 — M. 28, 257, 265, 267, 269.  
 Rieger, E. u. B. Schulze 64.  
 Riesenfeld, E. H. u. T. Ham-  
 burger 55, 125, 180, 192,  
 276.  
 Rieth, E. 310.  
 — u. K. G. Jonas 336.  
 Ritman, E. L. 337.  
 Ritter, G. J. 56.  
 Roel, R. B. 370.  
 Rolls, O. 344.  
 Roschier, H. u. A. S. Backman  
 98, 99.  
 Roß, T. W., G. D. O. Jones,  
 C. Alexander u. H. Wyatt  
 Johnston 303.  
 Rothamel, L. u. G. Jayme 336.  
 Rühlmann, F. 306.

- Rumm u. Tausz 190.  
 Runkel, R. 337.  
 — u. P. Schoeller 336.  
 Rutz, G. 337.
- Sadler, H. u. F. Noß 40.  
 Saechtling, H. 83.  
 Salvaterra, H. u. F. Noß 292.  
 Sammet, F. 258.  
 Samuelsen, S. 344, 369.  
 — u. E. Stephansen 55, 276.  
 — u. O. Bade 338.  
 Sandberg 310.  
 Sarten, P., G. Jayme u. W. Klauditz 336.  
 Schacht, W. 154, 178, 180.  
 Schäfer, J. Chr. 282.  
 Schaffer, E. R., C. C. Heritage u. L. A. Carpenter 179.  
 Schapira, B. 216.  
 Scheufelen 77.  
 Schieber, W. 283, 360.  
 Schikorr, G. 91.  
 Schilde, H. 125.  
 Schlumberger, E. 190.  
 Schluttig u. Neumann 194.  
 Schmidt, E. 74, 295.  
 Schnarf, K. 32.  
 Schoeller, v. 288.  
 —, P. u. R. Runkel 337.  
 Schopper, A. 164, 166, 167, 168, 169, 174.  
 Schröter, G. A. u. F. Schütz 231, 234.  
 Schröter, A., W. Brecht u. H. Michaelis 103, 109, 139.  
 Schubert, M. 139.  
 Schütz, F. 72, 125.  
 —, W. Klauditz u. P. Winterfeld 351.  
 — u. G. A. Schröter 231, 234.  
 Schulz, G. V. 360.  
 Schulze, B. 22, 27, 46, 49, 84, 85, 142, 144, 152, 236, 292, 296, 298.  
 — u. G. Bierett 151, 152.  
 — u. E. Goethel 40.  
 — u. R. Korn 57.  
 — u. A. Lambertz 91.  
 — u. E. Rieger 64.  
 Schwab, G. u. G. Jayme 336.  
 Schwabe, K. 82, 83, 88, 90.  
 Schwalbe, C. G. 9, 76, 97, 190, 344, 373, 374.  
 — H. 311.  
 Schwarz, G. u. u. B. Hagemann 291.  
 Schweitzer, O. u. H. Staudinger 360.  
 Schwardt u. H. Sommer 143.  
 Scott 276.  
 Seborg, C. O., F. A. Simmonds u. P. K. Baird 104.  
 Seger, E. u. A. Küng 357.  
 Seifriz, W. 2.  
 Selleger 23, 38.
- Semmelbauer, E. 288.  
 Sevig, R. 255.  
 Shaw, M. B., G. W. Bicking u. M. J. O. O'Leary 284.  
 Shottwell u. Mc Kee 107.  
 Sieber, R. 144, 333, 344, 367.  
 — u. E. Heuser 53.  
 Simmons, R. H. u. M. S. Kantrowitz 44.  
 Simmonds, F. A., C. O. Seborg u. P. K. Baird 104.  
 Sindall 293.  
 Singer, O. 45.  
 Skark 80, 313.  
 Smith-Tabbert 182.  
 Snyder, L. W. 150.  
 — u. F. T. Carson 159.  
 Sörensen 80.  
 Sohn, A. W. 12.  
 Solf, K. u. E. Manegold 207, 236, 237, 244.  
 Sommer, H. 58, 67, 143, 252, 265, 266, 271.  
 — u. J. Becker 259.  
 — u. F. Burgstaller 146.  
 — u. Schwerdt 143.  
 Sonderhoff, R. u. R. Korn 224.  
 Sotowa, N. 136.  
 Southworth 147.  
 Staar, G. 28.  
 Stade, G. u. H. Staude 26, 31.  
 Staedel, W. 105, 226, 227, 229, 230, 231, 235.  
 — u. W. Brecht 250, 251.  
 Stahlberg, K. 344.  
 Staude, H. u. G. Stade 26, 31.  
 Staudinger, H. 2, 283, 350.  
 — u. I. Jurisch 12, 350.  
 — u. O. Schweitzer 360.  
 — u. M. Sorkin 283.  
 Steinmann, R. u. G. Jayme 347, 349.  
 Steinschneider, M., H. Kroß u. L. Imgrund 295, 337.  
 — u. E. Grund 307, 314, 337.  
 Stephansen, E., Chr. Anker u. K. Haug 55.  
 — u. S. Samuelsen 55, 276.  
 Stevens, H. u. C. Beadle 56, 221.  
 Stockmeier 92, 93.  
 Stöckigt 195, 210.  
 Stoewer, W. 108.  
 Stotz 128.  
 Strachan, J. 337.  
 Strecker, G. u. U. Kirchner 310.  
 Süttinger, R. u. W. Brecht 6, 338.  
 Sutermeister, E. 16, 36, 301.  
 Swoboda, O. u. O. Wurz 295.
- Tausz u. Rumm 190.  
 Teclu, N. 127.  
 Teicher 56.
- Teschner, G. u. K. Pawletta 142.  
 Trentschel, R. u. W. Brecht 295, 304, 338.  
 Tschirch, E. u. D. Krüger 73.  
 Tydén, H. u. C. Kullgren 377.
- Ulm, R. K. W. 106.  
 — u. B. L. Browning 82, 85.  
 Unger, E. 337.  
 — u. B. Possanner v. Ehrenthal 307, 308.  
 Urquhart, A. R. u. A. M. Williams 106.
- Valenta, E. 53, 127.  
 Vandevelde 89.  
 Vanino u. Engert 363.  
 Vétillart 24, 301.  
 Vidal, L. u. P. Goldsmid 25.  
 Vogel, W. 90.  
 Vollprecht, H. 133.
- Walter, E. L. 103.  
 Wardle 147.  
 Wehmhoff, B. L. 90.  
 Weidenmüller, H. u. E. Grund 336.  
 Weller 159.  
 Wendler 131.  
 Werzmirzovsky, W. 166.  
 Wiesdorf u. Cornely 180.  
 Wisener, J. v. 12, 15, 20, 23, 59, 301.  
 Williams, F. M. 251.  
 — A. M. u. A. R. Urquhart 106.  
 Winkler, O. 158.  
 — u. H. Karstens 242.  
 Winterfeld, P., F. Schütz u. W. Klauditz 351.  
 Wirth, W. 307.  
 Wisbar, G. 39, 49.  
 Whittaker u. Powell 377.  
 Wittels u. Welwart 289.  
 Wittmack 15.  
 Wolodkewitsch, N. 231, 243.  
 Woltmann, F. u. E. Jenckel 233.  
 Worthington, F. V. u. F. T. Carson 152.  
 Wrana, W. 337.  
 Wulff, P. u. E. Eckert 190.  
 Wultsch, F. 295.  
 — u. A. Lottemoser 360.  
 Wunderlich, N. 319.  
 Wurster, C. 52, 53.  
 Wurz, O. 343.  
 — u. O. Swoboda 295.
- Ziersch, G. 270.  
 Zimmermann, A. 26.  
 — W. 360.  
 Zschokke 288.

# Sachverzeichnis.

- ABBE-Zeißscher Komparator** 193.  
**Abies pectinata** (Tanne) 5.  
**Abmessungen** der Probestreifen, Einfluß auf Prüfungsergebnisse 118f.  
**Absolute Feuchtigkeit** 112.  
**Absoluter Dampfdruck** 112.  
**Absorption** von Feuchtigkeit durch die pflanzliche Faser 102.  
 —, **Zeitabhängigkeit** der Absorption 103.  
**Adansonia digitata** (Affenbrotbaum) 18.  
 — **Zellstoff** 18.  
**Äderung** von Sulfitzellstofffasern 41.  
**Äthanolamine** (Weichmachungsmittel) 71.  
**Ätherreaktion** für den Nachweis von Harzleimung 59.  
**Äußere Säurezahl** 89.  
**Agar-Agar**, Nachweis von — 74.  
**Akaroidharz**, Nachweis von — 71.  
**Alfa** (Esparto-) **Gras** 13.  
 — **-Zellstoff** 13.  
**Alkaligehalt** von Papier, Allgemeines über den — 80f.  
 —, **Bestimmung** des — 89f.  
**Alkoholextrakt** (Gesamtharz) von Zellstoffen, **Bestimmung** des — 369.  
**Alphacellulose** von Zellstoff, **Bestimmung** des Gehaltes an — 374.  
**ALT**, **Diagrammapparat** nach — 134.  
**Alterungsbeständigkeit** von Papier 281ff.  
**Alterungsversuche**, natürliche 284.  
 —, künstliche 285.  
**Amyloid** 34, 68.  
**Amyloidbildung** beim Pergamentieren mit Säure 291.  
**Amyloidnachweis** 292.  
**Anilinsulfatreaktion** von Lignin 53.  
**Annaline** 76.  
**Antimonelektrode** 83.  
**Anzahl** der Einzelversuche, Einfluß auf Ergebnis der Festigkeitsprüfung 120f.
- Arbeitsaufnahmevermögen** 130.  
**Arbeitsmodul**, beim Zugversuch 131.  
 — beim Schlagzerreiβversuch 176.  
**Arundo donax** (Pfahlrohr) 15.  
**Aschenbildende Bestandteile** von Papier 75f.  
**Aschengehalt** von Papier, **Bestimmung** des — 77f.  
 — von Filtrierpapier 77.  
 — von Zigarettenpapier 80.  
 — von Zellstoff 368.  
**Asbest**, mikroskopische **Erkennung** 25.  
**Asbestgehalt**, chemische **Bestimmung** 58.  
 —, **Bestimmung** aus dem Glühverlust 58.  
**Asbestine** 76, 80.  
**ASHCROFT-Berstdruckprüfer** 147.  
**ASSMANNSCHE** Aspirationspsychrometer 113.  
**Auflichtmikroskopie** 28.  
**Auflicht-Dunkelfeldkondensator** nach HAUSER 29.  
**Auflösen** von Proben für die **Mikroskopie** 33f.  
**Aufschlaggeräte** für die **Zerfaserung** von Zellstoffen 309f.  
**Aufschlußgrad** von Zellstoff, chemische **Bestimmung** des — 370.  
 — —, **Beurteilung** auf mikroskopischem Wege 46f.  
**Augenbildung** bei der **Anfärbung** ungebleichter Sulfitzellstoffe mit basischen Farbstoffen 40, 43.  
 — bei der **Anfärbung** nach BRIGHT 43.  
**Ausbleichbeiwert** 271.  
**Ausbleichgrad** 271.
- Bambus** (Bambusa) 15.  
**Bast** 4.  
**Bastzellen** 4.  
 — von Stroh 13.  
 — von Esparto 14.  
**Baumwolle** 20.  
**BEHRENS**, **Verfahren** zur mikroskopischen **Beurteilung** des **Aufschlußgrades** von Zellstoffen 46.
- BEKKSCHER** **Apparat** zur **Bestimmung** der **Farbaufnahme** von **Druckpapier** 273.  
 — — zur **Feststellung** von **kratzenden** Anteilen in **Druckpapier** 277.  
 — **Glätte- und Porositätsprüfer** 272.  
 — **Rupffestigkeitsprüfer** 274.  
**Beleuchtung**, Einfluß bei der **lichttechnischen** Prüfung 253.  
**Benetzbarkeit** von **Löschpapier** 216.  
**Bentonit** (kolloidale Tonerde) 58, 66.  
**Berstarbeit** 144f.  
**Berstblattzahl** 142.  
**Berstdruck**, **relativer**, nach FENCHEL 142.  
 —, —, **Abhängigkeit** vom **Quadratmetergewicht** 142.  
**Berstdruckprüfer** nach SCHOPPER-DALÉN 147f.  
 — nach MULLEN 150f.  
 —, andere **Konstruktionen** 147.  
**Berstfestigkeit** 143.  
**Berstfläche** nach BERGMAN 142.  
**Berstreiβlänge** 144.  
**Berstversuch** 147f.  
 —, **Einfluß** der **Versuchsbedingungen** 151.  
 — — des **Quadratmetergewichts** 153.  
 —, **Durchführung** nach DIN DVM 3412 152.  
**Berstwiderstand** 141.  
**Betacellulose**, **Bestimmung** der — 376.  
**Betula** (Birke) 9.  
**Biegebruchkraft** 183.  
**Biegeelastizität** 178.  
**Biegefestigkeit** von **Pappen** 182f.  
**Biegeformänderungsarbeit** 178.  
**Biegereiβlänge** 168.  
**Biegesteifigkeit** 177f.  
 —, **Messung** nach BRECHT und BLIKSTAD 177.  
 — —, nach CORNELY und WIESDORF 181.  
**Biegewinkel** 183.

- Biegewinkel, Einfluß beim Dauerbiegeversuch 168.  
 Birkenzellstoff 9.  
 Bitumenhaltige Papiere, Auflösen für das Mikroskopieren 34.  
 Biuretreaktion 61.  
 Blanc-fix 76.  
 Blasenprobe zur Bestimmung der Fettdichtigkeit 245.  
 Blattbildungsgeräte 319 ff.  
 Blattbildungsapparat „Rapid Köthen“ 319.  
 — „Jokro“ 324.  
 — „Strecker“ 325.  
 Bleiflecke in Papier 99.  
 Bleipapier für den Nachweis von Sulfiden 92.  
 Boehmeria nivea 24.  
 Bogendichte von Zellstoff 349.  
 Bogendicke 128.  
 Borke 5.  
 BRABENDER-Trockenapparat 130.  
 BRECHT-IMSET-Durchreibgerät 169, 172 f.  
 BRIGHT-Methode für die mikroskopische Unterscheidung von ungebleichtem und gebleichtem Zellstoff 43 f.  
 Bronzeflecke in Papier 95, 99, 97.  
 Broussonetia papyrifera (Kodzu) 20.  
 Bruchdehnung 129.  
 Bruchlast 128.  
 Bruchteileinnug 193.  
 Buchenholzzellstoff 10.  
 Büttenspapier, Unterscheidung von handgeschöpftem Büttenspapier von maschinengeschöpftem 293.  
  
 CAMERON-Desintegrator 310.  
 Canna gentile (Pfahlrohr) 15.  
 Cannabis sativa (Hanf) 23.  
 Caseinhaltige Papiere, Auflösen für mikroskopische Zwecke 34.  
 Castanea vesca (Kastanie) 10.  
 Celluloseacetat, Nachweis 68, 73.  
 Cellulosenitrat, Nachweis 73.  
 Chinagras (Ramie) 24.  
 China Clay (Kaolin) 76.  
 Chinhydronelektrode 83, 87.  
 Chlorkalkflecke in Papier 99.  
 Chlorkautschuk, Nachweis 72, 73.  
 Chlormagnesium-Jod-Jodkaliumlösung nach JENKE 38.  
 Chlor- und Säurefreiheit von Papier 93.  
 Chlorzinkjodlösung 36.  
  
 Chlorzinnjodlösung nach WISBAR 39.  
 Chloride in Papier 92.  
 Chromgelb 77.  
 Citophot (Busch) 33.  
 CLARK-Kollergang 310, 345.  
 Contax (Zeiß) 32.  
 Contrast ratio 258.  
 Corchorus-Arten (Jutepflanzen) 7.  
 Cuoxam (Cu)-Viskosität 352 f.  
 CURL-Methode für die Bestimmung des Leimungsgrades 203.  
 Cyperus Papyrus (Papyrusstaude) 16.  
  
 Darcymeter nach MANEGOLD und SOLF 244.  
 Dauerhaftigkeit von Papier 281 ff.  
 —, Einfluß des Fasermaterials 282.  
 —, Einfluß der Leimung und Füllstoffe 284.  
 —, Prüfung durch Alterungsversuche 284.  
 —, Vorschriften für dauerhafte Papiere 286.  
 Dauerbiegeprüfer nach SCHOPPER 164 f.  
 Dauerbiegewiderstand 164 ff.  
 —, Einfluß der Versuchsbedingungen 166.  
 —, Einfluß des Quadratmetergewichts 168.  
 Daumenprobe zur Bestimmung der Haftfestigkeit des Striches 275.  
 Dehnung beim Zugversuch 128 f.  
 Dehnungsmessung 132, 133.  
 Dehnungszahl 129.  
 Dermatosomen 2.  
 Desintegrator, deutsches (englisches) Einheitsgerät 309.  
 — nach SANDBERG 310.  
 — nach CAMERON 310.  
 Destillationsverfahren zur Bestimmung der Feuchtigkeit von Papier 190.  
 Dextrin, Nachweis 74.  
 Dichlormethanextrakt von Zellstoff, Bestimmung 368.  
 Dicke von Papier, Bestimmung 126 f.  
 Dickenmesser 126.  
 Dickenquellvolumen von Zellstoff 348.  
 Diffusionskonstante für den Wasserdampfdurchgang 226.  
 DIN DVM-Prüfverfahren:  
 —, Berstversuch (DIN DVM 3412) 152.  
  
 DIN DVM-Prüfverfahren:  
 —, Dicke (DIN DVM 3411) 127.  
 —, Falzversuch (DIN DVM 3412) 164.  
 —, Farbmessung (DIN 5033) 267 f.  
 —, Lichtdurchlässigkeit (DIN 5032) 255.  
 —, Luftdurchlässigkeit (DIN DVM 3413) 244.  
 —, Quadratmetergewicht (DIN DVM 3411) 125.  
 —, Raumgewicht (DIN DVM 3411) 128.  
 —, Reflexionsgrad (DIN 5032) 259 f.  
 —, Tintenfestigkeit von Schreibpapier (DIN 53414) 201 f.  
 —, Wasserdampfdurchlässigkeit (DIN DVM 3413) 244.  
 —, Zugversuch (DIN DVM 3412) 139.  
 Doppelkeilkolorimeter nach BJERRUM-ARRHENIUS 85.  
 Drehkreuzmühle KIRCHNER-STRECKER 311.  
 Dreifilterverfahren für Farbmessung nach DETLEFSEN-BLOCH 269.  
 Druckpapier, besondere Prüfverfahren 272 ff.  
 —, Glätte 272.  
 —, Gleichmäßigkeit der Farbaufnahme 274.  
 —, Rupffestigkeit 274.  
 —, sandige Bestandteile 277.  
 —, Saugfähigkeit 272.  
 —, Schwärzungsgrad und Durchschlagen der Druckfarbe 274.  
 —, Stäuben 276.  
 Druckpresse nach SCHOPPER für Härtebestimmungen 185.  
 Dry-Indikator-Methoden 210.  
 Dsuiko (Mitsumata) 20.  
 Dünnschnitte, Herstellung von — 36.  
 Dunkelfeldbeleuchtung 29.  
 Durchdrückgerät nach SCHOPPER 147.  
 Durchlaßgrad 255.  
 —, Bestimmung nach DIN 5032 255.  
 —, relativer 256.  
 Durchreibwiderstand 169, 170 f.  
 Durchscheinen 254, 257 f.  
 —, Maß für das — nach SAMMET 258.  
 —, Transparenzmaß 258.  
 —, Kontrastverhältnis 258.



- Durchschlagen von Druckfarbe 274.  
 Durchsichtigkeit 258.
- Echtpergamentpapier**, Auflösen für das Mikroskopieren 34, 68.  
 —, Unterscheidung zwischen ungebleichtem und gebleichtem Zellstoff in — 46.  
 —, Unterscheidung von unechtem Pergamentpapier 292 f.
- Edelzellstoffe, mikroskopische Erkennung 42.
- Edgeworthia papyrifera* (Mitsumata) 20.
- Egalisierung von gemahlenem Zellstoff 313.
- Einheitsverfahren des Vereins der Zellstoff- und Papierchemiker und -Ingenieure:  
 Bestimmung der chemischen Kennzahlen von Zellstoffen 367 ff.  
 Alkoholextrakt und Zerlegung des Extraktes in Verseifbares und Unverseifbares 369.  
 Alphacellulose, Gesamtalkalilösliches, Beta- und Gammacellulose 374.  
 Aschengehalt und Sulfatasche 368.  
 Aufschlußgrad 371.  
 Feuchtigkeitsgehalt 367.  
 Harz- und Fettgehalt 368.  
 Holzgummigehalt 376.  
 Kupferzahl 373.  
 Ligningehalt 372.  
 Pentosangehalt 377.
- Festigkeitsprüfung von Zellstoffen 326 ff.  
 Gütebeurteilung von Holzschliff 338 f.
- Kupferaminviskosität von Zellstoff 352.
- Quellvermögen von Zellstoff („Quellungskriterien“) 347 f.
- Saugfähigkeit von Zellstoffwatte 220 f.
- Schädliches Harz von Zellstoff 343.
- Vergilbungsneigung von Zellstoff 346.
- Xanthogenatviskosität von Zellstoff 357.
- Eindrucktiefe bei der Bestimmung der Härte von Pappen 186.
- Einreißfläche nach BERGMAN 172.  
 Einreiß- und Durchreißwiderstand 169 ff.  
 Einseitig glatte Papiere, Leimungsgrad 202.  
 Einzelfaserfestigkeit 306.  
 Eisenflecke 98.  
 Eiweiß, Nachweis von — 73, 74.  
 Eiweißfehler bei kolorimetrischen pH-Bestimmungen 83, 86.  
 — bei elektrometrischen pH-Bestimmungen 87.
- Elastische Nachwirkung 154.  
 Elastizität 153 ff.  
 —, Begriffsbestimmungen 153.  
 —, Prüfung der — von Zigarettenmundstückpapier 154.  
 Elastizitätsgrad, durchschnittlicher 155, 156.  
 Elastizitätsmodul 129.  
 Elastizitätsprüfer (Bestimmung der Stoßelastizität) 156 f.
- Elastizitätsschaulinie 155.  
 Elektrolytisch wirksame Salze in Papier 90.  
 Elektrometrische pH-Bestimmung 82 ff.  
 — — am angefeuchteten Papier 84.  
 — — an wäßrigen Auszügen 86.  
 — —, Meßanordnungen und Auswahl der Elektroden 86.  
 — —, Eichung der Elektroden und Fehlerursachen bei Störungen 88.
- ELMENDORF-Prüfer für die Bestimmung des Weiterreißwiderstandes 169, 170 f.
- Entwässerungsdauer, Bestimmung mit Blattbildungsapparat „Rapid-Köthen“ 315.  
 — von Holzschliff, Bestimmung nach BRECHT und HOLL 315, 340.
- Epidermis (Oberhaut) 3.  
 Epidermiszellen von Stroh 12.  
 Epikondensor (Zeiß) 30.  
 Ersatzleimmittel, Nachweis 59.
- Erwärmungsversuche (Bestimmung der Wärmebeständigkeit) 280.
- Espartozellstoff 13.  
 Eukalyptuszellstoff 11.
- Fadenzellen von Gräsern 13.  
*Fagus silvatica* (Buche) 10.
- Falz- und Dauerbiegewiderstand 158 ff.  
 Falzversuch 159 f.  
 —, Prüfapparate 159.  
 —, Einfluß der Versuchsbedingungen 108, 110, 161 f.  
 —, — des Quadratmetergewichts 163.  
 —, Durchführung nach DIN DVM 3412 164.
- Farbanteil, spektraler 268.  
 Farbdichte, spektrale 269.  
 Farbgleichung 268.  
 Farbsystem nach OSTWALD 269.  
 Farbtafel 268.  
 Farbkörnchen als Flecke in Papier 96, 97.  
 Farbmaßzahlen 267.  
 —, Bestimmung der — 269.  
 —, graphische Darstellung 268.  
 —, Gültigkeitsgrenzen 267.  
 —, trichromatische 268.  
 — nach HELMHOLTZ 269.  
 — nach OSTWALD 269.
- Farbmessung 267 ff.  
 — an Holzschliff 339.  
 — nach DIN 5033 267.  
 —, empirische Verfahren 269.  
 —, Normalbeleuchtungsarten 270.  
 —, Normalbeobachter für — 267.  
 —, objektive Gleichheitsverfahren 269.  
 —, — Helligkeitsverfahren 269.  
 —, — Spektralverfahren 269.
- Farbmischung, additive 267, 269.
- Farbenphotographie 32.  
 Farbreizvalenz 267.  
 Farbstoffe, Nachweis der Art der — 75.  
 Faserfraktionierung 303 f.  
 Faserknoten in Papier 97.  
 Faserlänge und -Breite 295 ff.  
 —, Anzahl der Einzelmessungen 299.  
 —, Auswahl der Fasern für die Messung 299.  
 —, Auswertung der Messung 299.  
 —, häufigste 299.  
 —, Herstellung der Präparate 298.  
 —, mikroskopische Bestimmung 295 f.  
 —, mittlere 299.  
 —, Projektionsverfahren 296 f.  
 —, unmittelbare Messung 295 f.  
 —, Zusammenstellung von Literaturangaben 302.

- Federstrichmethode zur Bestimmung des Leimungsgrades 198f.  
 —, Verfahren nach DIN 53 414 199f.  
 Feinheitsnummer 130, 131.  
 FENCHEL'S Apparat zur Bestimmung des Flächenänderungsverhaltens 191.  
 Fensterporen 6.  
 Festigkeitsprüfung von Holzschliff, deutsches Einheitsverfahren 340.  
 — von Zellstoff 306ff.  
 — —, deutsches Einheitsverfahren 326ff.  
 — —, nordisches — 333.  
 — —, Gegenüberstellung des deutschen und der ausländischen Einheitsverfahren 334.  
 Festigkeitsunterschiede zwischen Mitte und Seiten der Papierbahn 139.  
 Fettdichtigkeit 245f.  
 —, Blasenprobe 245.  
 —, Schmalzprobe 246.  
 —, Terpentinölprobe 247.  
 —, Verfahren nach NOLL und NAGEL 247.  
 —, — nach BEKK 248.  
 Fettflecke in Papier 97.  
 Feuchteschrank „H.S.V.“ 117.  
 Feuchtigkeitsgehalt von Papier 103ff.  
 Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes von Papier 188f.  
 Einfluß der Beschaffenheit des Papiers auf den Feuchtigkeitsgehalt 103.  
 Einfluß des Feuchtigkeitsgehaltes auf die mechanischen Eigenschaften 108, 109, 135.  
 Einfluß des Feuchtigkeitsgehaltes auf die physikalischen — 107f.  
 Feuchtigkeitsgehalt von Zellstoff 367.  
 Fibrillen 1.  
 Fichte (*Picea excelsa*) 5.  
 Filterapparat für die Bestimmung der Filtrierbarkeit von Viskose 364.  
 Filtermeßverfahren für Farbmessungen nach OSTWALD 269f.  
 Filterpolarisator aus Herapathit nach BERNAUER 30.  
 Filtrationskonstante von Zellstoff 366.  
 Filtrierbarkeit der Viskose, Bestimmung nach dem Konventionsverfahren der Fachgruppe Chem. Herstellung von Fasern 363f.  
 Filtriergeschwindigkeit von Filterpapier 214.  
 Firnis, Nachweis 73, 75.  
 Flächendehnung beim Berstversuch 141.  
 Flächenveränderung von Papier infolge Feuchtigkeitseinwirkung 190f.  
 —, Hysteresiserscheinungen bei der — 191.  
 Flecke in Papier 95ff.  
 Fluoreszenzmikroskopie 30.  
 Fluoreszenzmikroskopische Unterscheidung von gebleichtem Sulfit- und Natronzellstoff 40.  
 Fluoreszenz von Imprägniermitteln 67.  
 Formänderung bei mechanischer Beanspruchung 153f.  
 Formänderungsarbeit 153.  
 —, Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen 153.  
 Formaldehyd, Nachweis 70.  
 Freeness-Zahl 318, 319.  
 Freies Chlor in Papier 92, 93.  
 Freie Säure in Papier 93.  
 Freier Schwefel in Papier 92, 93.  
 Fremdhautsystem im Aufbau der pflanzlichen Faser 2.  
 Frühholz 5.  
 Fuchsin-Malachitgrün-Lösung nach LOFTON-MERRITT 39.  
 Fuchsin-schweflige Säure (SCHIFFSches Reagens) 70.  
 Füllstoffe, Bestimmung der Art und Menge 78f.  
 Gammacellulose, Bestimmung von — 376.  
 Gampi 20.  
 Gefärbte Papiere, Entfernung der Farbstoffe für das Mikroskopieren 33.  
 — —, Ligninreaktion 52, 54.  
 Gefäße (Tracheen) 3.  
 Gefäßbündel 3.  
 Gefäßbündelteil (Xylem) 3.  
 Gefrierkonserven, Luftdurchlässigkeit von Verpackungsmaterial für — 236, 240.  
 —, Wasserdampfdurchlässigkeit von Verpackungsmaterial für — 225.  
 Gefügestärke von Zellstoffen 307ff.  
 Gehärtete Tierleim-, Eiweiß- und Kaseinimprägnierungen 69, 70.  
 Gereiftes Papier 110.  
 Gesamtalkalilösliches von Zellstoffen 375.  
 Geschöpftes Papier, Festigkeitsunterschiede in den beiden Hauptrichtungen 139.  
 Gewebe, pflanzliches 3.  
 Gips (Füllstoff), Nachweis 76, 80.  
 Gipsflecke in Papier 98.  
 Gitterförmige Streifung der Sulfitzellstofffaser 8.  
 Glätte von Papier, Bestimmung 248ff.  
 — von Druckpapier 272.  
 —, Beurteilung nach dem Glanz 251.  
 Glättezahl nach KLUGHARDT 252.  
 — nach SOMMER 253.  
 Glas- und Schlackenwolle 25.  
 Glanzmessung 250, 263f.  
 —, Kurvendarstellung 265.  
 Glanzzahl nach KLUGHARDT 264, 265.  
 — nach OSTWALD 264.  
 — nach RICHTER 265.  
 — nach SOMMER 266.  
 Glaselektrode 83, 87f.  
 Gleichheitsverfahren der Farbmessung 269.  
 Gleichmäßigkeit der Farbaufnahme von Druckpapier 274.  
 — der Leimung 202.  
 Glycerin, qualitativer Nachweis 71.  
 —, quantitative Bestimmung 70, 72.  
 Glykol 71.  
 Glycerogen 71.  
 Gramineenzellstoffe 12ff.  
 Grundgewebe 3.  
 GÜNTHER'S Berstdruckprüfer 147.  
 — Klemme zur Bestimmung der Nullreißlänge 307.  
 Gummi arabicum, Nachweis 74.  
 GURLEY-Einreißprüfgerät 169, 174.  
 — -Densometer 242.  
 Haarhygrometer 115.  
 Hadernfasern 21.  
 Härte von Pappen 185f.  
 Häufigkeitskurven für Faserlänge und -breite 299f.  
 Haftfestigkeiten von Aufstrichen 275.  
 HAGEN-POISEUILLESches Gesetz 237.  
 HALSES Methode zur Bestimmung von Lignin in Papier 55.

- Handgeschöpfte Papiere, Unterscheidung von maschinengeschöpften 236.
- Hanf (*Cannabis sativa*) 23.
- Hartpapiere (kunstharzhaltige Papiere), Auflösen für mikroskopische Zwecke 34.
- Harz- und Fettgehalt von Zellstoff, Bestimmung 368.
- Harzflecke 97.
- Harzleim 58, 59 ff.
- Harzsaures Eisen als Vergilbungskörper 287 f.
- —, Bestimmung in Papier 288 f.
- Harz, schädliches 343.
- Harzschwierigkeiten 346.
- HAUSER-Kondensator 29.
- Hellfeldbeleuchtung 29.
- Helligkeitsverfahren der Farbmessung 269.
- Hellempfindlichkeit des Auges, Anpassung von lichtelektrischen Zellen an die — 253.
- Herapathit-Polarisator nach BERNAUER 30.
- HERZBERG'S Filtrierpapierprüfer 214.
- Hoftüpfel 4.
- Holzgummigehalt von Zellstoffen 376.
- Holzschliff 5 f.
- , brauner 7.
- , Gütebeurteilung nach dem deutschen Einheitsverfahren 338 f.
- von Fichte, Tanne, Kiefer, Unterscheidung 5.
- , von Laubhölzern 7.
- , weißer 6.
- Holzschliffgehalt, chemische Bestimmung 54 f.
- Holzsplitter in Papier 96.
- Hooksches Gesetz 129.
- Hornblende-Asbest 58.
- H.S.-Faserfraktionierapparat 303 f.
- HUMMSCHES Gerät für Stanzversuche an Zellstoffen 307.
- Hygroskopizität der pflanzlichen Faser 101, 102.
- Hygrostat nach SCHREIBER 117.
- Hysteresiserscheinungen bei der Feuchtigkeitsaufnahme und Abgabe 102, 103.
- — —, Einfluß auf Festigkeitseigenschaften 109, 110, 162.
- — —, Einfluß auf Flächenveränderung 191.
- Ideale Dauerbiegezahl 167, 168, 169.
- Imprägniermittel, Untersuchung auf Art und Menge 66 ff.
- Indophenol-Lösung nach NOLL und HAHN 42.
- Innere Leimfestigkeit 194.
- Innere Säurezahl 89.
- Isländisches Moos 74.
- Isolierstoffe, Prüfung elektrischer Isolierstoffe nach der deutschen Vorschrift 186.
- Japanische Papierfasern 20.
- JENKESCHE Jod-Jodkaliumlösung 38.
- Jod-Jodkaliumlösung nach SELLEGER 38.
- Jod-Jodkaliumlösungen 36.
- Jodkaliumstärkepapier 92.
- Jokro-Mühle 311 f.
- -Blattbildner 324 f.
- Jute 7.
- Jutezellstoff 17.
- , Unterscheidung von Manila- und Adansoniastoff 19.
- Kaliumjodatstärkepapier 93.
- Kalkflecke 100.
- Kalomelbezugselektrode 83.
- Kalziumchlorid-Jodlösung nach SUTERMEISTER 36.
- Kalziumnitrat - Jod - Jodkaliumlösung nach SELLEGER 38.
- Kambium 5.
- Kaolin 76, 79.
- Kartoffelkrautzellstoff 16.
- Kasein 58, 63 ff., 73, 75.
- Kastanie (*Castanea vesca*) 10.
- Kautschuk und -vulkanisate, Nachweis 69.
- Kautschukhaltige Papiere, Auflösen für mikroskopische Zwecke 34.
- Kiefer (*Pinus silvestris*) 5.
- KIRCHNER'SCHE Kniffrolle 159.
- Klarheit durchsichtiger Papiere 258.
- Klebendes Harz 344.
- Klimaanlagen 116.
- Klimaschränke 117.
- Kodzu 20.
- Kolloidale Tonerde (Bentonit) 66.
- Kolophonium 71.
- Kolorimetrische  $pH$ -Bestimmung 82 ff.
- , Fehlerursachen 86.
- , Messung am Papier 83, 84.
- , — am wäßrigen Auszug 85.
- Komparatormethode für die Bestimmung des Flächenänderungsverhaltens 193.
- Kongorot, Umschlagsintervall von 84, 92.
- Kontrastverhältnis („contrast ratio“) 258.
- KOPPESCHES Haarhygrometer 115.
- Korkteil (Periderm) 5.
- Korrosion von Metallen durch Papier 91 ff.
- Korrosionsversuche 93.
- Kraft-Dehnungslinie 129.
- Kratzende Bestandteile in Druckpapier 277.
- Kritische Mahltemperatur 345.
- Kugelmühlen 311.
- Kugelreflektometer 261.
- Kunstfasern, mikroskopische Erkennung 24.
- Kunstharze, Nachweis 73.
- Kunsthharzhaltige Papiere, Auflösen für mikroskopische Zwecke 34, 35.
- Kupferamminviskosität 352 f.
- Kupferflecke 98.
- Kupferzahl 373.
- Kutikula 3.
- Längenmäßige mittlere Faserlänge nach JAYME und HARDERS-STEINHÄUSER 301.
- Längs- und Querrichtung, Unterscheidung 123.
- —, verschiedene Zugfestigkeit in — 138, 139.
- Längsscheuengerät des Bureau of Standards 188.
- Lärche (*Larix*) 5.
- Lackmus, Umschlagsintervall 84.
- LAMBRECHT'S Polymeter 115.
- Lamellen der pflanzlichen Zellwand 1 f.
- LAMPÉN-Mühle 311.
- Larix (*Lärche*) 5.
- Laubholz Zellstoffe 9.
- Leder, mikroskopische Erkennung 25.
- , chemische Bestimmung 58.
- Leim- und Imprägniermittel, Nachweis und Bestimmung 58 ff.
- Leimfestigkeit 193 f.
- einseitig glatter und bedruckter Papiere 202.
- Leimfestigkeitsgrade und Arten 193.
- Leimmittel, Einfluß auf die Alterungsbeständigkeit 284.
- Leimungsgradprüfung 193 ff.
- , Normung 205.

- Leimungsgrad, Prüfung auf Gleichmäßigkeit der Leimung 202.
- Leimungsharz als Vergilbungsursache 288.
- Leinen (*Linum usitatissimum*) 22.
- Leitfähigkeitsmessung, Bestimmung des Leimungsgrades durch — 204.
- , Bestimmung des Gehaltes an elektrolytisch wirksamen Salzen durch — 91.
- Lenzin 76.
- Leukometer 260, 263.
- Lichtalterung 285.
- Lichtdichtheit 258.
- für UV-Strahlung 259.
- Lichtdurchlässigkeit (siehe auch Durchschein) 254 f.
- , Bestimmung nach DIN 5032 255.
- , — nach KLEMM 255.
- , — nach MAXIMOWITSCH 257.
- , — nach RESS 256.
- Lichtdurchlaßgrad 255.
- Lichtechtheitsbewertung 270.
- nach ZIERSCH 270.
- nach SOMMER 271.
- Lichtelektrische Zellen 253.
- Lichtpauspapier, Bewertung der Schärfe der Pauslinien 258.
- Lichtstreuung 258.
- Lichttechnische Eigenschaften 253.
- LIEBERKÜHNScher Spiegel 29.
- LIEBERMANN-STORCHSche Reaktion 59, 65.
- Lignin, Bestimmung in Papier 54 f.
- , Vorkommen in den Schichten der Zellwand 2.
- als Vergilbungsursache 287.
- Ligningehalt von Zellstoff, Bestimmung 372.
- Ligninreaktionen 52.
- Lignit (*Xylit*)-Zellstoff 12.
- Lineare Ausdehnung von Zellstoff beim Merzerisieren 348.
- Linters 22.
- Löschpapier, Anforderungen an — 220.
- , Saugfähigkeit von der Fläche aus — 218 f.
- , Saughöhe 217.
- LOFTON-MERRITT-Methode, Unterscheidung von unbleichtem und gebleichtem Zellstoff 39.
- , Beurteilung des Aufschlußgrades 47.
- Luftdurchlässigkeit 236 ff.
- , physikalische Grundlagen 236.
- , Einfluß der Versuchsbedingungen 238.
- , Beziehung zur Papierdicke 240.
- , Prüfverfahren und Geräte 240.
- Luftfeuchtigkeit, Einfluß auf den Wassergehalt von Papier 101, 102.
- , Messung und Regelung 111 f.
- Lumen 1.
- Luminiszenzmikroskopie 30.
- Lumpenfasern (*Hadern*) 21.
- Lupenmikroskope 28.
- Mahlzustand, Beeinflussung der mikroskopischen Erkennbarkeit der Fasern durch den — 26.
- Mahlgradprüfung 313 f.
- , Gerät nach GREEN und WILLIAMS 318.
- , GREEN-Automatic-Gerät 319.
- , Gerät nach KLEMM 313.
- , — nach SCHOPPER-RIEGLER 314 f.
- , — nach SKARK 313.
- , Korrektur bei abweichendem Stoffgewicht 317.
- , — bei abweichender Temperatur 318.
- Mahltemperatur, kritische 345.
- Mahlprodukt, Kriterium für Pergamentierfähigkeit 343.
- Maisstrohzellstoff 15.
- Makroskopische Bestimmung verholzter Fasern, qualitativer Nachweis 51.
- — — —, qualitativer Nachweis bei gefärbten Papieren 52.
- — — —, quantitative Bestimmung 53.
- Manilazellstoff 17.
- Markstrahlzellen 5, 7.
- Markstrahlzelleninhalt, Unterscheidungsmerkmal von Sulfit- und Natronzellstoffen 41.
- Maßstab für Glanzmessung nach SOMMER 266.
- Maschinengeschöpfte Büttenspäpfe, Unterscheidung von handgeschöpften 293.
- Mattglasmethode 210.
- MAXIMOWITSCH, Lichtdurchlässigkeitsprüfer nach — 257.
- Metaphot (BUSCH) 32.
- Mechanische Pergamentierfähigkeit von Zellstoff 342.
- Meristem (Teilungsgewebe) 5.
- Metallschädliche Bestandteile 91 ff.
- Methylcellulose, Nachweis 73.
- Micelle 2.
- Mikroskopie, Arbeitsmikroskop 26.
- , Auflichtmikroskopie 28.
- , Instrumente und Methodik 26 ff.
- , Luminiszenzmikroskopie 30.
- , Lupenmikroskop 28.
- , Mikrophotographie 31 f.
- , Polarisationsmikroskop 30.
- , Vergleichsmikroskop 27.
- MILLON'S Reagens 62, 63.
- Mineralfasern 25 f.
- Mineralische Leimmittel 58, 66.
- Mineralöl 73.
- Mineralölflecke 97.
- Mitsumata 20.
- M.I.T.-Tester 159.
- Mittellamelle 1 f.
- Mittlere Faserlänge 300.
- Molette-Wasserzeichen 294.
- Montanwachs 58, 65.
- MORAWSKISche Reaktion 59.
- Morphologie der Pflanzenfasern 1 ff.
- MPA-Einreißgerät 169, 174.
- Muldenversuch 207.
- MULLEN-Prüfer 150.
- MULLEN-Maß 149.
- Nadelhölzer, Unterscheidung zwischen Fichte, Tanne, Kiefer 5.
- Nadelholz Zellstoff 8 f.
- Naßfestigkeit 225.
- von Spinnpapier 225.
- Natriumlaktat 71.
- NAUMANN-SCHOPPER-Pappenbiegeprüfer 183.
- Niagara-Versuchsholländer 310.
- Nitrocellulose, Nachweis 73.
- Nitrophenolmethode nach MICHAELIS zur Bestimmung des pH-Wertes 86.
- NORDEN-GREGOR-Mahlgerät 311.
- Normalbeleuchtung für Farbmessung 270.
- Normalbeobachter — — 267.
- Normalbleichstunde 271.
- Normalreizanteile 268.
- Normalreizbeträge 268.

- Normalreizsystem 268.  
 Normenausschuß für das graphische Gewerbe („Nagra“) 271.  
 Nullreißlänge 136, 307.
- Oberflächenleimfestigkeit 194.  
 Oberflächenleimung, tierische 61.  
 Oberflächenbehandlung, Untersuchung von Papieren mit — 70.  
 Oberhaut (Epidermis) 3.  
 Ocker 77.  
 Ofenalterung 285.  
 Opakspiegel 29.  
 Optisch-photometrische Prüfungen 253 ff.  
 — —, Farbmessung 267 f.  
 — —, Glanzmessung 263 f.  
 — —, Lichtdichtigkeit 258.  
 — —, Lichtdurchlässigkeit und Lichtstreuung 254 f.  
 — —, Lichtechtheitsbewertung 70 f.  
 — —, Reflexionsgrad 259.  
 — —, Remissionsgrad 261.  
 — —, UV-Durchlässigkeit 259.  
 — —, Weißgrad 262 f.  
 Oxycellulose 68.  
 — als Vergilbungsursache 288.  
 — —, Nachweis 289.
- Padistroh 14.  
 Panphot (Leitz) 33.  
 Papiermaulbeerbaum 20.  
 Pappelzellstoff 10.  
 Pappenbiegeprüfer NAUMANN-SCHOPPER 182 f.  
 Papyrusstaude (Cyperus papyrus) 16.  
 Papyruszellstoff 16.  
 Paraffin, quantitative Bestimmung 70.  
 Parenchymzellen 3.  
 Paßfähigkeit (Flächenänderungsverhalten) 190.  
 Paßfiltermessung nach OSTWALD 270.  
 Pendelschlagwerk nach SCHOPPER 176.  
 Pentosangehalt von Zellstoff („Tollenzahl“) 377.  
 Pergamentierung, mechanische, von Zellstoffen 342.  
 Pergamentpapier, Auflösen für mikroskopische Zwecke 34.  
 —, Unterscheidung zwischen echtem und unechtem Pergamentpapier 291 f.
- Periderm (Korkteil) 5.  
 Permanentweiß 76.  
 Pfahlrohr (Arundo donax) 15.  
 Pfahlrohrzellstoff 15.  
 Pflanzenfasern, Einteilung 5.  
 Pflanzengummi 73, 74.  
 Pflanzenschleime 73, 74.  
 pH-Zahl 80 ff.  
 Phloem (Siebteil) 3.  
 Phloroglucin-Reaktion 52.  
 Photopapier, Glättebestimmung bei — 252.  
 Phragmites communis (Schilf) 15.  
 Picea excelsa (Fichte) 5.  
 Pilzflecke 97.  
 Pinus silvestris (Kiefer) 5.  
 Polarisationsmikroskopie 30.  
 —, Unterscheidung zwischen Leinen und Flachs 23.  
 —, Untersuchung über Faserlagerung 31.  
 Polarisationsphotometer nach MARTENS 257.  
 Polymerisationsgrad 283, 350, 357, 359.  
 Polymolekularität 360.  
 Populus alba (Weißpappel) 10.  
 — tremula (Zitterpappel) 10.  
 Porosität (Porenvolumen) von Zellstoffbogen 349.  
 — (Luftdurchlässigkeit) 236 ff.  
 Präparierte Papiere, Unterscheidung von echtem Pergamentpapier 291 f.  
 Primärlamelle 1 f.  
 Printing opacity 258.  
 Probenabmessungen, Einfluß auf Festigkeitsprüfung 118 f.  
 Probenentnahme für die mechanische Papierprüfung 121 f.  
 Prosenchymzellen 1.  
 Protoplasma 1.  
 Prüffläche, Einfluß der Größe der — auf Berstdruck, Wölbhöhe und Stoffdehnung 144.  
 Psychometrische Bestimmung der relativen Luftfeuchtigkeit 113.  
 Pufferung von Lösungen 82.  
 PULFRICH-Photometer 256, 259, 261, 263, 264 f, 270.
- Querelemente beim Bau der pflanzlichen Zellwand 2.  
 Quadratmetergewicht 125.  
 Quadrantenwaage (SCHOPPER) 78.  
 Quarzflecke 100.  
 Quellungskriterien von Zellstoff 347 f.
- Radierbarkeit 290.  
 Ramie (Chinagrass) 24.  
 Randfestigkeit nach A. SCHOPPER 174 f.  
 Randmoment beim Torsionsversuch nach SCHOPPER 174.  
 Rapid-Köthen-Blattbildungsapparat 319 f.  
 RASPAILsche Reaktion 59.  
 Rauhrandpapiere, Unterscheidung handgeschöpfter von maschinengeschöpften 293.  
 Reaktion der chemisch reinen Faser 81.  
 Reflexion von Licht 254.  
 Reflexionsgrad (siehe auch Remissionsgrad), Bestimmung nach DIN 5032 259.  
 Reibprobe zur Bestimmung der Haftfestigkeit von Strichen 275.  
 Relative Dauerbiegezahl 167.  
 — Luftfeuchtigkeit 112.  
 Reisstroh 14.  
 Reisstrohzellstoff 14.  
 Reißlänge 129 f.  
 Remissionsgrad 261 f, 268.  
 Resarch Flower Tester (Faserfraktionierapparat) 304.  
 Rinde 5.  
 Rindenparenchym 5.  
 Ringgefäße von Stroh 13.  
 — von Zuckerrohr 16.  
 RETH-Versuchsholländer 310.  
 Röhrenvoltmeter 83.  
 Rohwichte (Raumgewicht) 128.  
 Rosten von Stahlwaren 91 ff.  
 Rundscheuengerät von SCHOPPER 187.  
 Ruppen von Druckpapier 274.
- Sabeigras 16.  
 Sättigungsdruck des Wasserdampfes 112.  
 Säuregehalt bzw. Alkaligehalt 80 f.  
 — —, Bestimmung des — 89 f.  
 Säuregrad (pH-Zahl) 80 ff.  
 —, Bestimmung des — 82 ff.  
 —, Einfluß auf Dauerhaftigkeit.  
 —, Zusammenhang mit Säuregehalt 82.  
 Säurezahl 89.  
 Säurepergamentpapier, siehe Pergamentpapier.  
 Salzfehler, bei kolorimetrischen pH-Bestimmungen 83.  
 —, bei elektrometrischen — 87.  
 Salzlösungen für die Einstellung bestimmter relativer Luftfeuchtigkeiten 117.  
 SANDBERG-Desintegrator 310.  
 Sandflecke in Papier 100.

- Sandige Bestandteile in Druckpapier 277.
- Saugfähigkeit 216f.
- von Druckpapier 272f.
- von Löschpapier von der Fläche aus 218.
- von Zellstoffwatte 221f.
- Saughöhenbestimmung bei Zellstoff 347.
- Saugzonenverfahren für die Bestimmung des Leimungsgrades 196, 203.
- Sekundärlamelle 1f.
- SELLEGERSche Jod-Jodkaliumlösung 38.
- Serpentinasbest 58.
- Siebanalysator nach SCHMIDT 305.
- Siebanalyse (-fraktionierung) 295, 303f.
- Sieb- und Oberseite, Unterscheidung von 124.
- Siebteil (Phloem) 3.
- Sklerenchym 4.
- Sklerenchymflecke 97.
- Skleriden (Steinzellen) 4.
- Sorptionshysteresis 102, 103.
- , Einfluß auf Festigkeitseigenschaften 109, 110.
- Spätholz 5.
- Spektralverfahren der Farbmessung 269.
- Sperrfiltermessung nach OSTWALD 270.
- Spezifische Arbeitsfläche 176.
- Festigkeit 129.
- Viskosität 359.
- Spezifisches Volumen von Zellstoffwatte 223.
- Spiraldrehung der Baumwolle 21.
- Spiralgefäße von Stroh 13.
- Splitter in Holzschliff 6.
- Splittergehalt von Holzschliff 340.
- SPRUNGSche Formel für die Berechnung der Dampfspannung 114.
- Sudanlösung nach KLEMM 42.
- Sudanorange und Sudan-schwarzlösungen nach NOLL und HAHN 42.
- Sulfide in Papier 92.
- als metallschädliche Bestandteile von Papier 93.
- Sulfitlecke in Papier 99.
- SUTERMEISTER-Lösung 36.
- Schäben 23.
- , Ursache für Flecke in Papier 96.
- Schädliches Harz 343f.
- Schätzung der Faserstoffzusammensetzung im mikroskopischen Bild 48f.
- Schalenmethode zur Bestimmung der Wasserdurchlässigkeit 208.
- Schaulinienschreiber für Kraft-Dehnungslinien 134.
- Scheidefähigkeit von Filtrierpapier 215.
- Scheuerbeanspruchung, Widerstand gegen — 187.
- Schichten (Lamellen) der pflanzlichen Zellwand 1f.
- SCHIFFSches Reagens 70.
- Schilf (*Phragmites communis*) 15.
- Schlackenwolle 25.
- Schlagarbeit beim Schlagzerreißversuch 176.
- Schlagbeanspruchung, Widerstand gegen 175f.
- Schmalzprobe zur Bestimmung der Fettdichtigkeit 246.
- SCHMIDTSches Reagenz 62.
- SCHOPPERS Druckpresse 185.
- Falzer 159ff.
- Luftdurchlässigkeitsprüfer 241, 242.
- Pendelschlagwerk 176.
- Rundscheuergerät 187.
- Torsionsprüfer 184.
- Trockengehaltsprüfer 189.
- Wasserdurchlässigkeitsprüfer 207.
- SCHOPPER-DALÉN-Berstdruckprüfer 147f.
- SCHOPPER-NAUMANN Pappenbiegeprüfer 182.
- SCHOPPER-RIEGLER-Mahlgradprüfer 314f.
- Schräglichtilluminator (BUSCH) 29.
- Schwarzanteil nach OSTWALD 269, 270.
- Schwefel (freier) in Papier 92, 93.
- Schweflige Säure (freie) in Papier 92.
- Schwefelsäurelösungen für die Einstellung bestimmter Luftfechtigkeiten 118.
- Schwerspat 76, 79.
- Schwimmkammerversuch nach NOLL und PREISS 203, 211.
- Schwimmversuch nach KLEMM 195.
- STAEDELScher Wasserdampf-durchlässigkeitsprüfer 232.
- Stärke 58, 64ff, 73, 74.
- Stärkeflecke in Papier 99.
- Stäuben von Druckpapier 276.
- Standardacetatgemisch nach MICHAELIS 88.
- Standarddruckfarbe für die Prüfung von Druckpapier 273.
- Stanzreiblänge 307.
- Stanzversuch nach HUMM 307.
- Starrfestigkeit 158.
- Steifigkeitsprüfung, siehe Biegesteifigkeit.
- Stegmata 17.
- Stereo(-Mikro)-photographie 33.
- Stipa tenacissima (Espartogras) 13.
- Stoßelastizität 156f.
- Stoffdehnung 143.
- Stofffestigkeit 143.
- STRECKERS Blattbildungsapparat 325.
- Streifung der Baumwollfaser 21.
- Streuglanz 252.
- Strohzellstoff 12.
- Talkum 76, 80.
- Tanne (*Abies pectinata*) 5.
- Tannin, Nachweis 75.
- Tanninreaktion für den Nachweis von Tierleim 61, 63.
- Teerhaltige Papiere, Auflösen für mikroskopische Zwecke 34.
- Temperatur, Einfluß auf die Festigkeitseigenschaften 110.
- — auf den Wassergehalt von Papier 106.
- Terpentinölprobe zur Beurteilung der Fettdichtigkeit 247.
- Tertiärlamelle 1f.
- Thermohygrograph 116.
- Tierische Fasern 25.
- Oberflächenleimung, Einfluß auf Dauerhaftigkeit 284.
- Tierleim 58, 61ff, 73, 74.
- Tierleimhaltige Papiere, Auflösen für mikroskopische Zwecke 34.
- Tinte als Prüfmittel für die Bestimmung des Leimungsgrades 200, 201, 216.
- Tintenfestigkeit von Schreibpapier 200.
- , Bestimmung nach DIN 53414 199.
- Titanweiß 76, 80.
- Tollenzahl 377.
- Ton als Füllstoff 76, 79.
- Tonen von Druckpapier 277.
- Tonerde, kolloide (Bentonit) 58, 66.
- Torf 20.
- Torfmoos (*Sphagnum*) 20.
- Torsionsfestigkeitsprüfer zur Bestimmung der Einreißfestigkeit 169, 174f.
- Torus 4.
- Tragantgummi 74.
- Tracheen (Gefäße) 3.
- Tracheiden 3.
- Traubenzucker 70, 71.
- Trichterversuch 206.

- Trockenindikatormethoden 203, 210 f.  
 Trockengehaltsprüfer 189.  
 Tüpfel 3.  
 Tüpfelgefäße 13, 16.  
 Tüpfelapparatur für die Bestimmung des  $pH$ -Wertes 85.  
 Tuschfähigkeit 290.  
 Typfärbungen für Lichtechtheitsbestimmungen 271.
- ULBRICHTS**che Kugel 255.  
 Ultramarin, mineralischer Farbstoff 77.  
 — als metallschädlicher Bestandteil von Papier 92, 93.  
 Ultraphot (Zeiß) 32.  
 Ultraviolett-(UV-)Durchlässigkeit von Papier 259.  
 Ultropak (Leitz) 30.  
 Umrechnungsfaktoren für Zugfestigkeitswerte 135, 136.  
 Undurchlässigkeit für Licht 258.  
 Universalindikatoren 83, 85.  
 UV-Durchlässigkeit 259.
- VALLEY**-Versuchsholländer 310.  
 Vegetabilisches Pergamentpapier, siehe Pergamentpapier.  
 Verdrehwiderstand 184 f.  
 Vergilbung von Papier 287 f.  
 — —, Ursachen 287.  
 — —, Nachweis von Vergilbungsstoffen 288.  
 — —, praktische Prüfung auf Vergilbungsneigung 289  
 — von Zellstoff 346.  
 Vergleichsmikroskop 27.  
 Vergleichsproben für die Fasermikroskopie 51.  
 Verholzte Fasern, Holzschliff 5 ff.  
 — —, Jute 7.  
 — —, makroskopische Bestimmung 51 f.  
 Verhornung der pflanzlichen Faser beim Erwärmen 280.  
 Versuchsdauer, Einfluß auf Prüfungsergebnisse 101, 119, 136, 152, 162.  
 Versuchsholländer 310.  
 Vertikalilluminator 29.  
 Viktoriaablaupapier nach **KRAISS** 271.  
 Viskosität von Zellstofflösungen 351 ff.  
 —, Kupferamminviskosität 352 f.  
 —, relative 360.
- Viskosität, spezifische 359.  
 —, Xanthogenatviskosität 357 f.  
 Völligkeitsgrad 130, 146.  
 Vollarbenausbleichbeiwert 271.  
 Volleimung, siehe Leimfestigkeit 193.  
**VOLLRECHTS**cher Dehnungsmesser 133.  
 Volumen von Papier 128.  
 Vulkanfaser 68.
- Wachse** 73.  
 —, synthetische 72.  
 Wärmebeständigkeit von Zellstoff und Papier 278 f.  
 Waschversuch zur Bestimmung des Knitterwiderstandes 158.  
 Wasseraufnahmevermögen 223 f.  
 Wasserdampf- und Luftdurchlässigkeit, Zusammenhang zwischen — 227.  
 Wasserdampfdurchlässigkeit 225 ff.  
 —, Abhängigkeit, von der Faserart 227.  
 —, — vom Mahlgrad 227.  
 —, — vom Quadratmetergewicht 226.  
 —, — von den Versuchsbedingungen 228 f.  
 — durch Poren 227.  
 Wasserdurchlässigkeit 206 f.  
 —, MPA-Druckmeßgerät 208.  
 —, Muldenversuch 207.  
 —, Schalenmethode 208.  
 —, Trichterversuch 206.  
 —, Verfahren nach **MANEGOLD** und **SOLF** 207.  
 Wasserdurchlässigkeitsprüfer nach **SCHOPPER** 207, 209.  
 Wasserdruckprüfer nach **SCHOPPER** 209.  
 Wasserglas 58, 66.  
 Wasserstoffelektrode 83, 87.  
 Wasserwert beim Mahlgradprüfer **SCHOPPER-RIEGLER** 316.  
 Wasserzeichen, Einfluß auf Festigkeit 122.  
 —, Unterscheidung echter — von künstlichen — 293.  
 Wegschlagen der Druckfarbe 272, 273.  
 Weichhaltungsmittel 66.  
 Weißanteil nach **OSTWALD** 269, 270.  
 Weißgrad (Weiße) 262.  
 Weißpappel (*Populus alba*) 10.  
 Weiter-(durch-)reißwiderstand 169, 170 ff.  
 Wellenlänge, farbtongleiche
- Wickelversuche zur Prüfung auf Metallschädlichkeit 93 ff.  
 Wickstroemia canescens (*Gampi*) 20.  
 Wirkungsgrad der elastischen Arbeit 156.  
 — — — bei Stoßbeanspruchung 157.  
 Wölbhöhe 141.  
 Wolle, mikroskopische Erkennung 25.  
 —, chemische Bestimmung 57.  
 Wollgras 20.  
 Wollhaltige Papiere, Auflösen für mikroskopische Zwecke 34.  
**WURSTERS** Di-Lösung für den Nachweis von Lignin 52.  
 — — — von freiem Chlor 99.  
**WULFFS**ches Folienkolorimeter 85.
- Xanthogenatviskosität** 357 f.  
 Xanthoproteinreaktion 63.  
 Xylem (Gefäßteil) 3.
- Zählmethode für die Bestimmung der Faserstoffzusammensetzung 50.  
 „Zähnen“ in Espartozellstoff 14.  
 Zeitabhängigkeit beim Berstversuch 120.  
 — der Dehnungsvorgänge 129.  
 — beim Falzversuch 120.  
 — beim Zugversuch 119, 120.  
 Zelle, pflanzliche 1.  
 Zellkern 1.  
 Zellstoffwatte, Saugfähigkeit von — 221.  
 Zerfaserung von Zellstoff für die Festigkeitsprüfung 308, 309.  
 Zerreißarbeit 130.  
 Zitterpappel (*Populus tremula*) 10.  
 Zuckerrohr (*Saccharum officinarum*) 16.  
 Zuckerrohrzellstoff 16.  
 Zugbiegeprobe nach **WELLER** 159.  
 Zugelastizität 154 f.  
 Zugfestigkeit 128 ff.  
 — senkrecht zur Blattebene 140.  
 Zugfestigkeitsprüfer 131 f.  
 Zugversuch 131 ff.  
 —, Ausführung nach **DIN DVM** 3412 139.  
 —, Einfluß der Versuchsbedingungen 135 f.  
 Zusammendrückbarkeit von Zellstoffwatte.



**Weißer Holzschliff von Nadelholz**

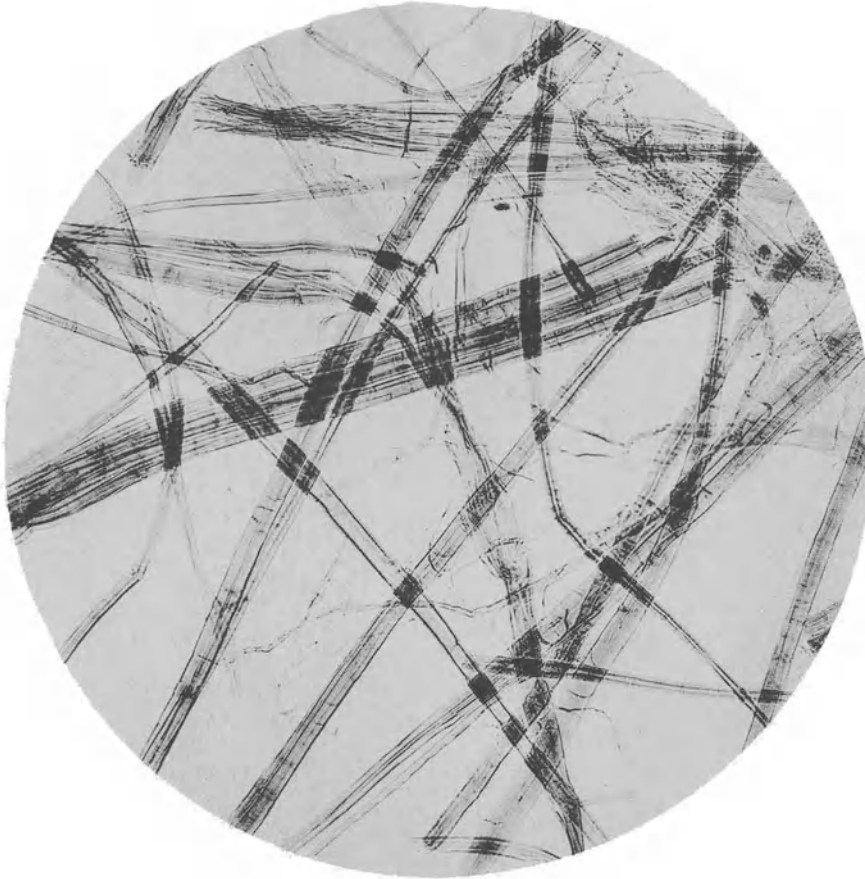
Vergr. 125





**Braunschliff von Nadelholz**

Vergr. 125



Jute

Vergr. 125



**Kiefern-Natronzellstoff**

**Vergr. 125**



Fichten-Sulfitzellstoff

Vergr. 125



**Strohzellstoff**

Vergr. 125



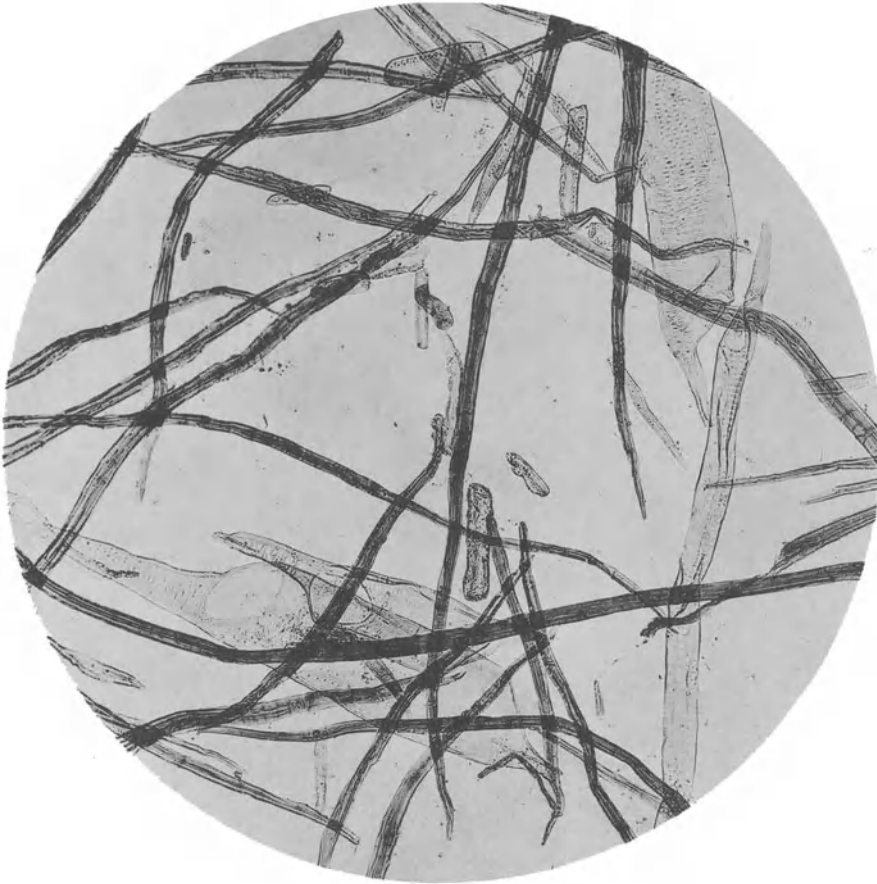
**Birkenzellstoff**

Vergr. 125



**Pappelzellstoff**

Vergr. 125



**Buchenzellstoff**

Vergr. 125





Eucalyptuszellstoff

Vergr. 125



Alfa- (Esparto-) Zellstoff

Vergr. 125



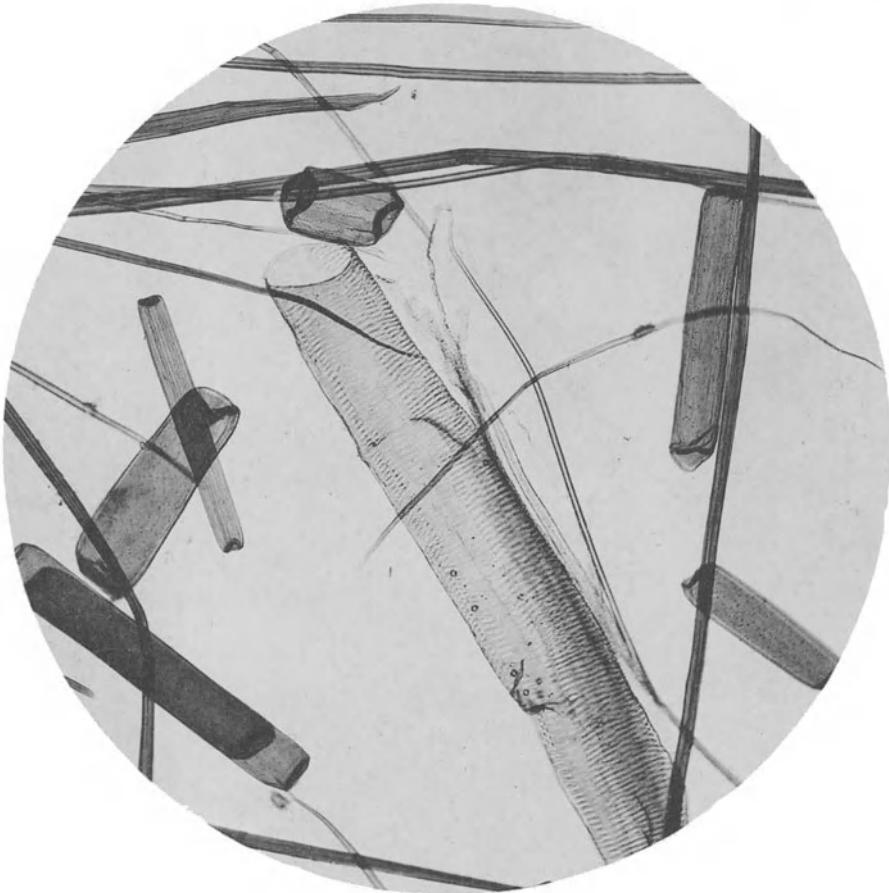
**Reisstrohzellstoff**

Vergr. 125



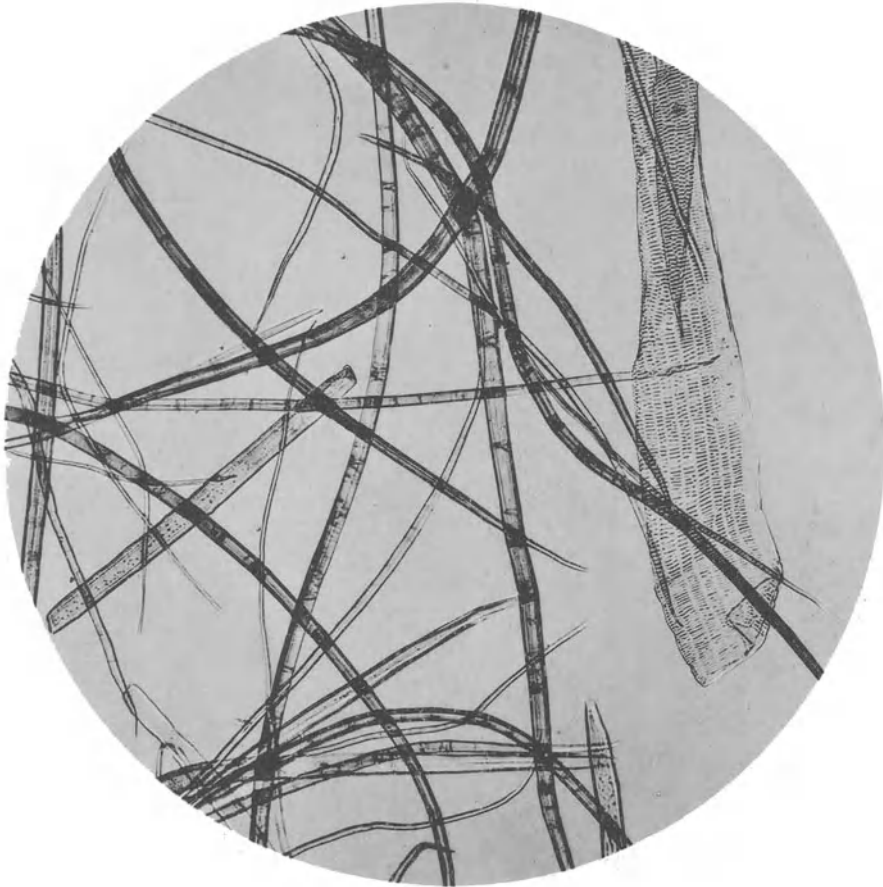
**Maisstrohzellstoff**

Vergr. 125



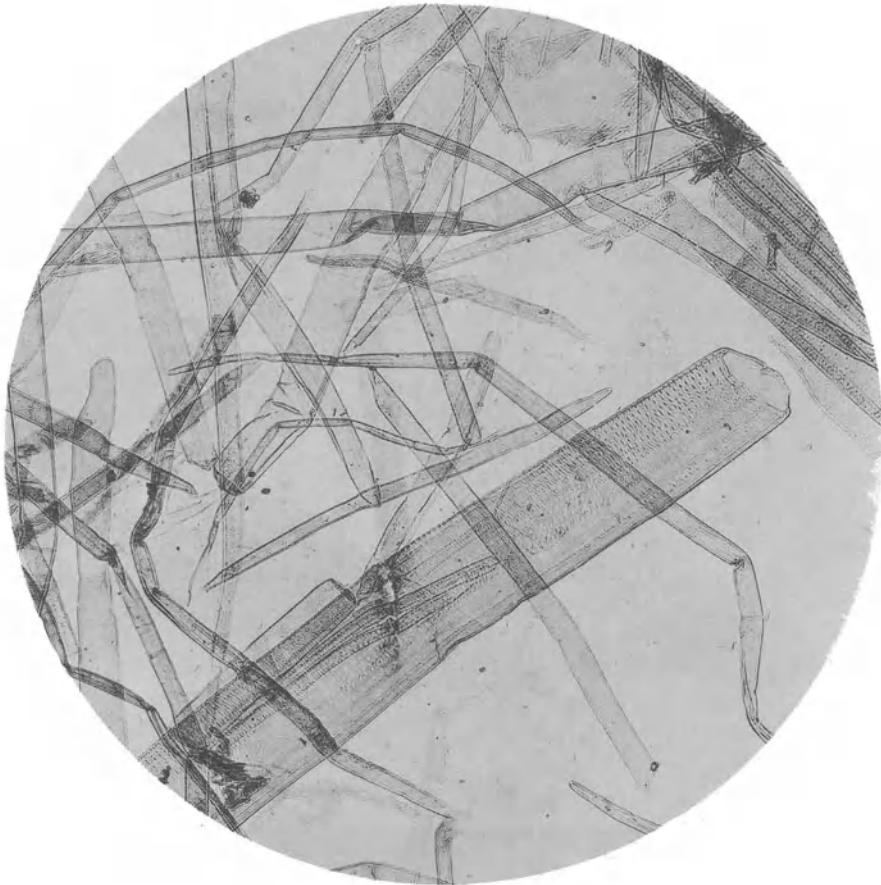
Pfehlrohr- (*Arundo donax*-) Zellstoff

Vergr. 125



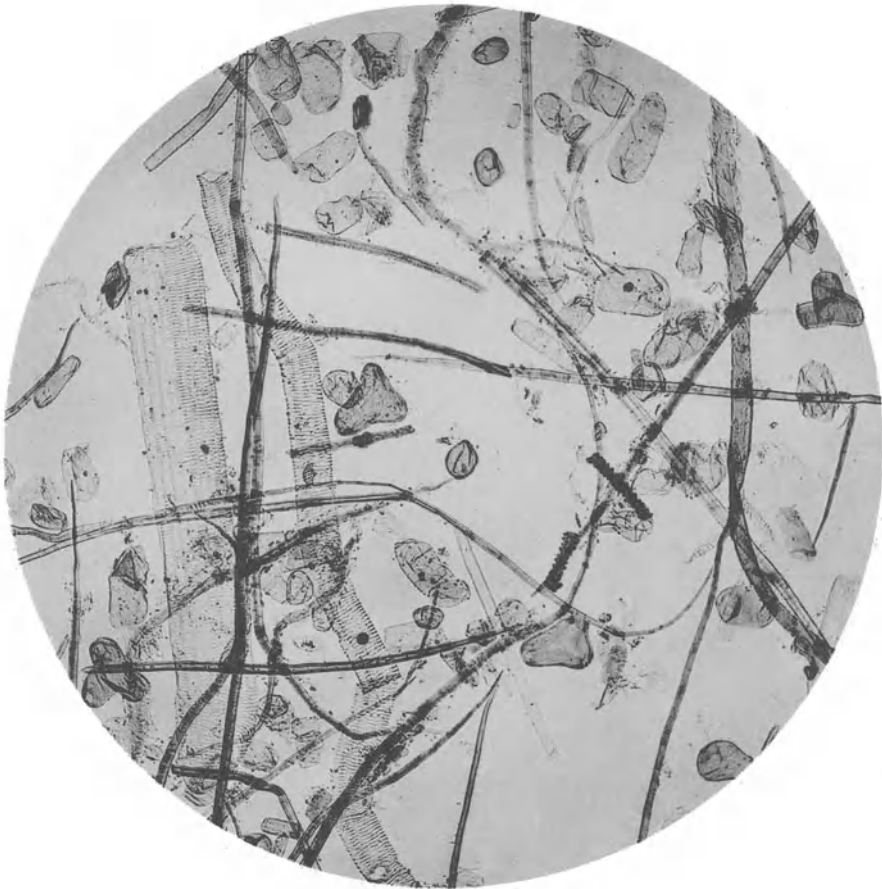
**Bambuszellstoff**

Vergr. 125



**Zuckerrohrzellstoff**

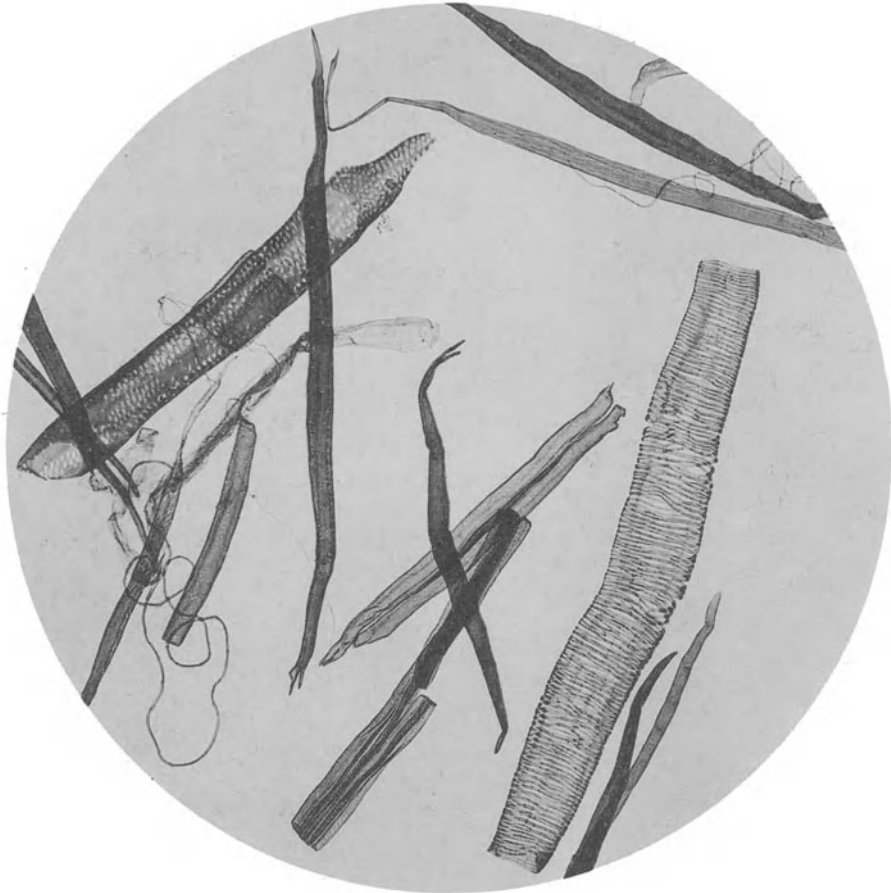
Vergr. 125



**Papyruszellstoff**

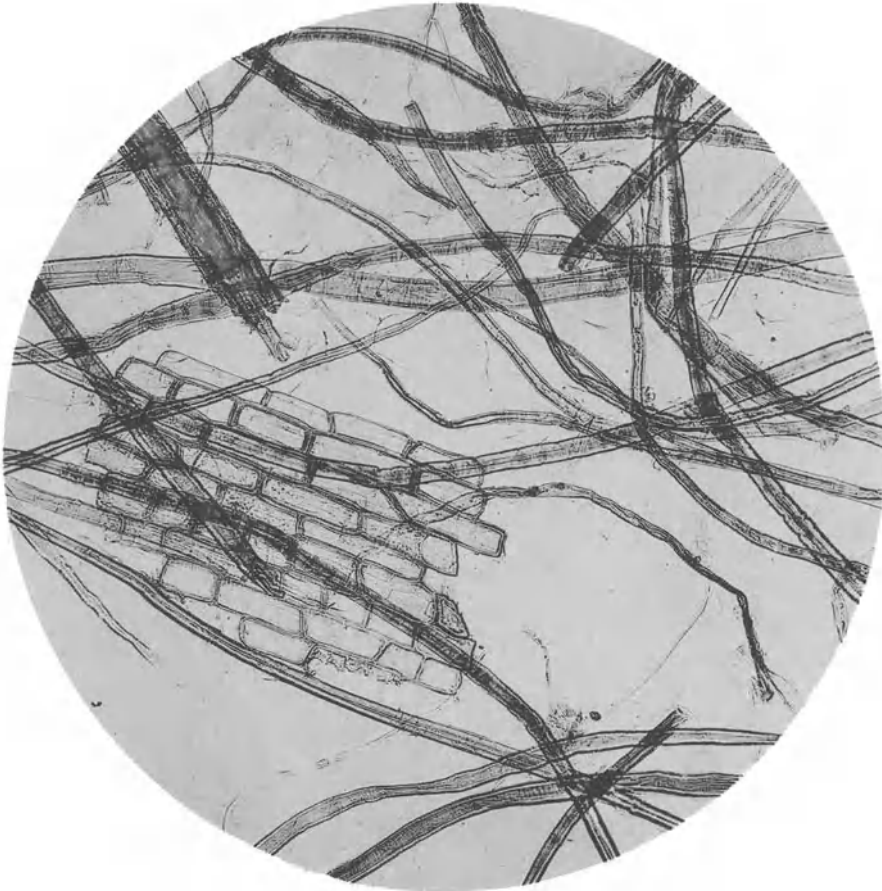
Vergr. 125





**Kartoffelkraut-Zellstoff**

Vergr. 125



**Manilazellstoff**

Vergr. 125



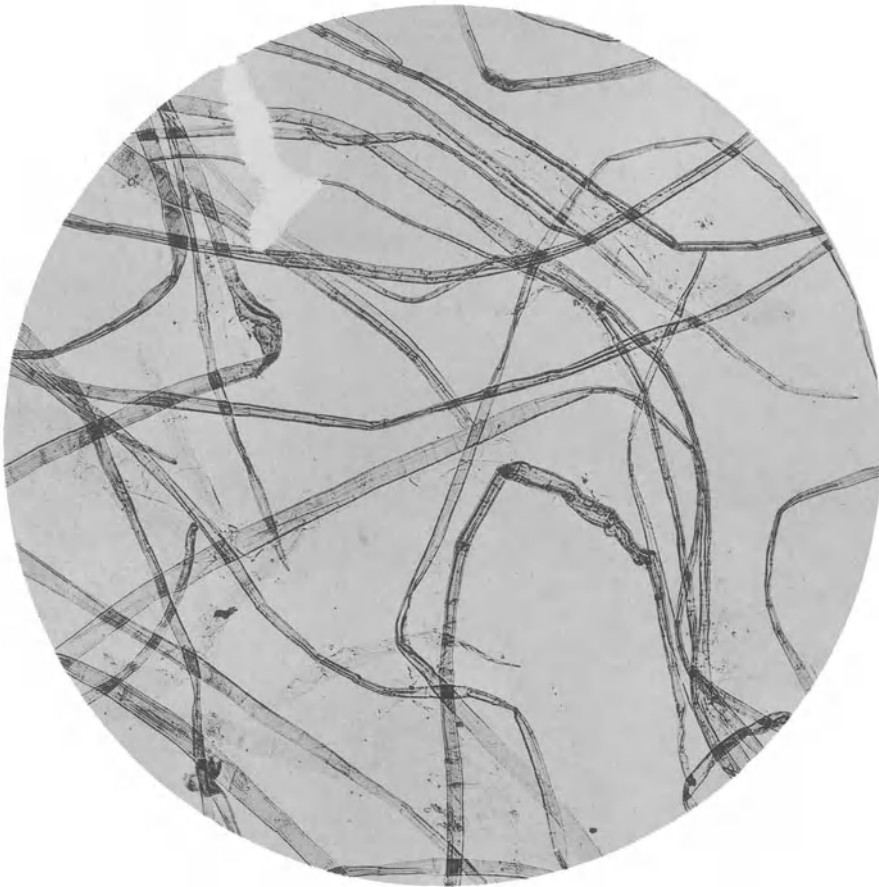
**Stigmata aus der Asche von Manilahanf**

Vergr. 250



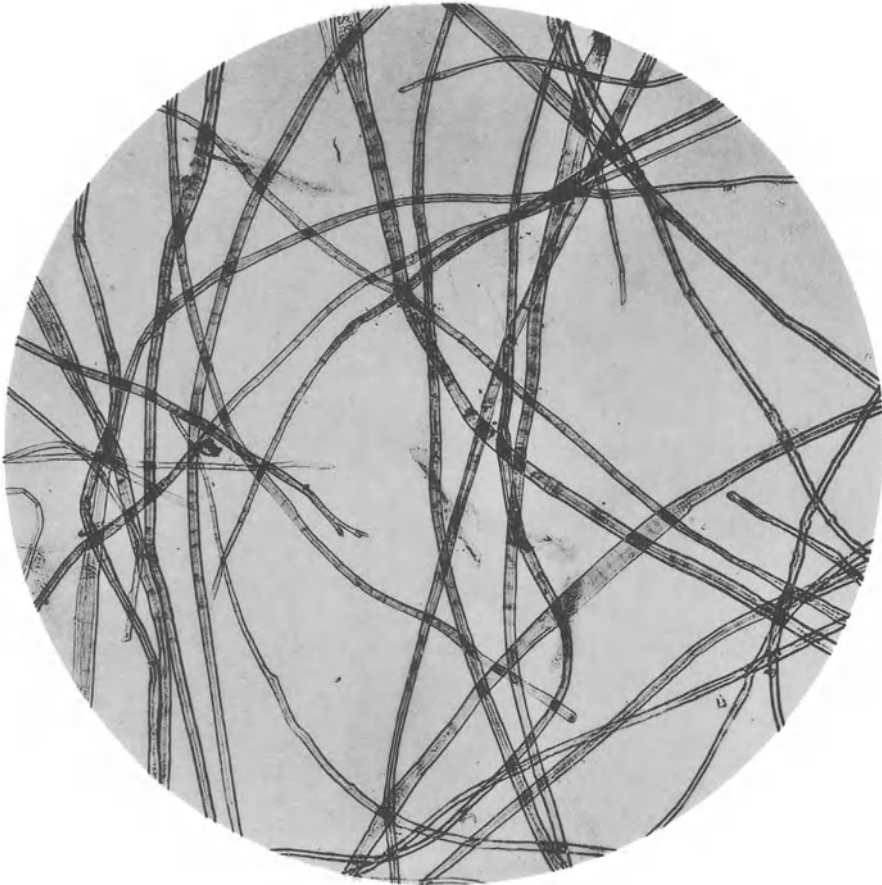
**Adansonia**

Vergr. 125



**Gampi**

Vergr. 125

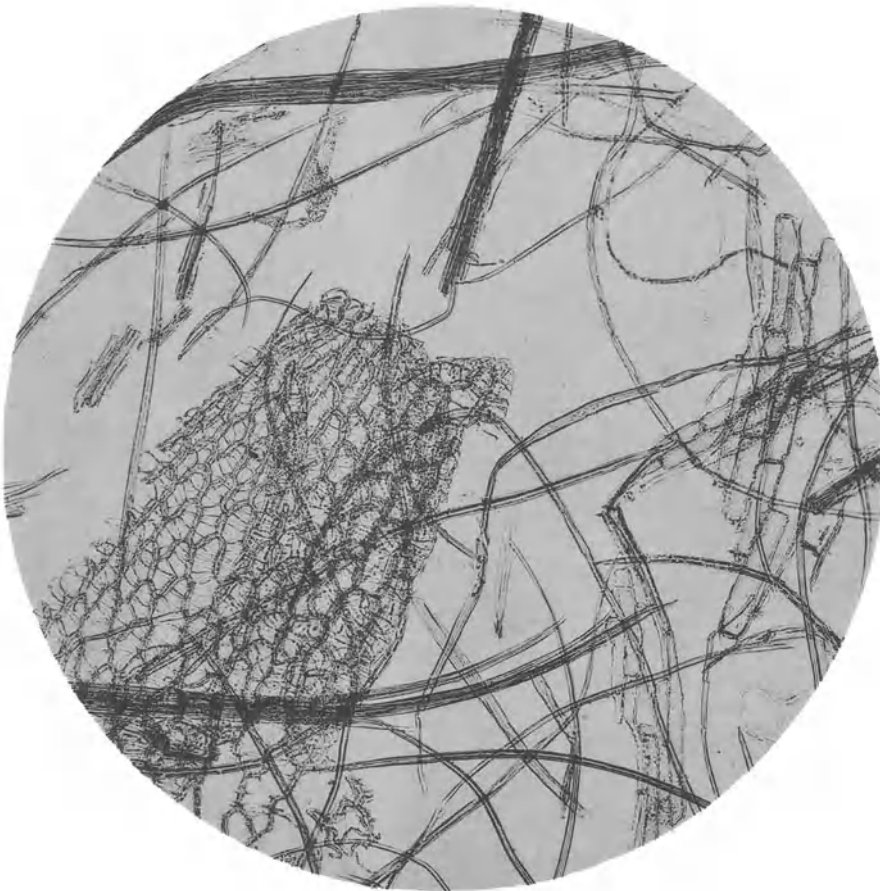


**Mitsumata**

Vergr. 125



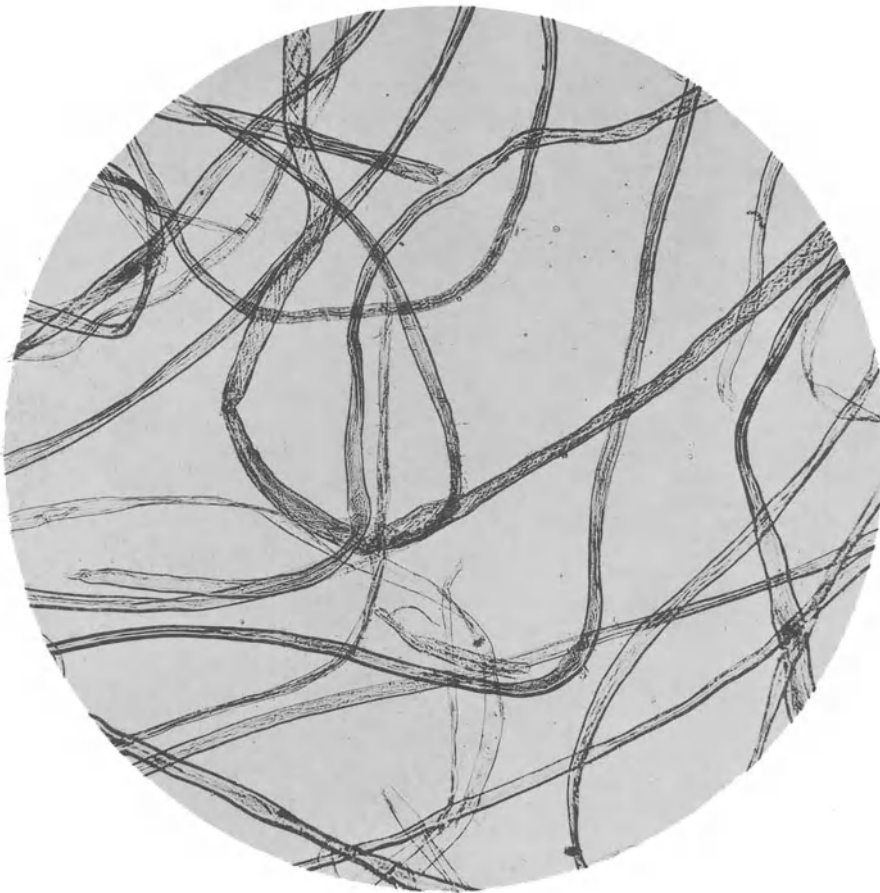
**Kodzu**  
Vergr. 125



**Papierstoff aus Torf**

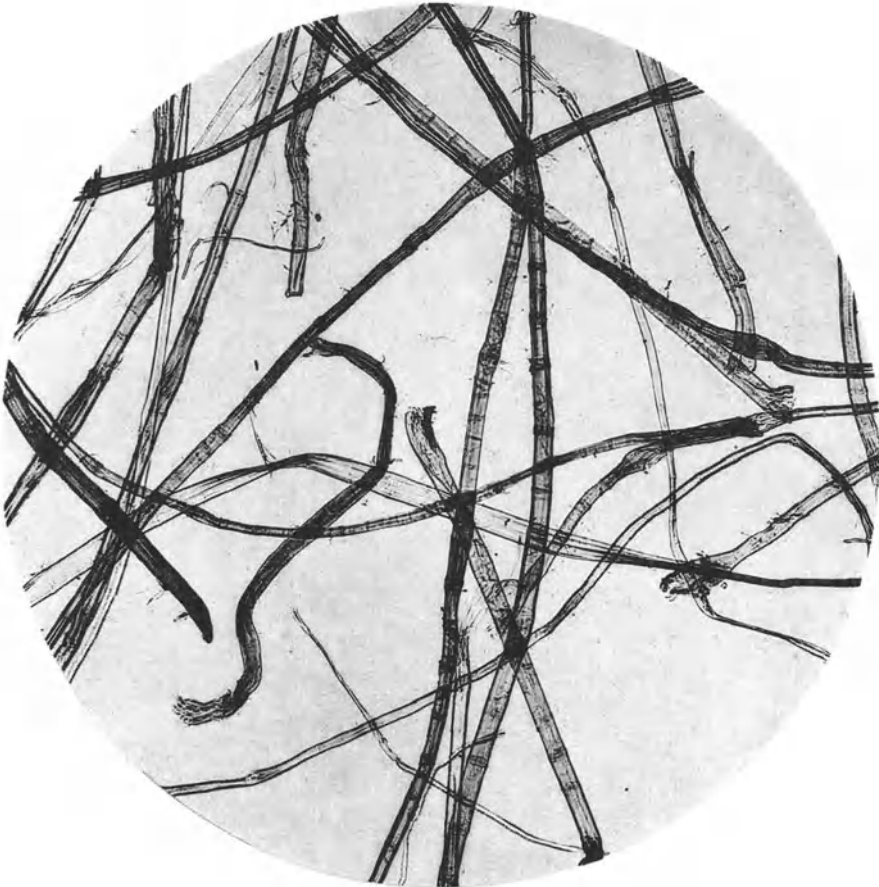
Vergr. 125





**Baumwolle**

Vergr. 125



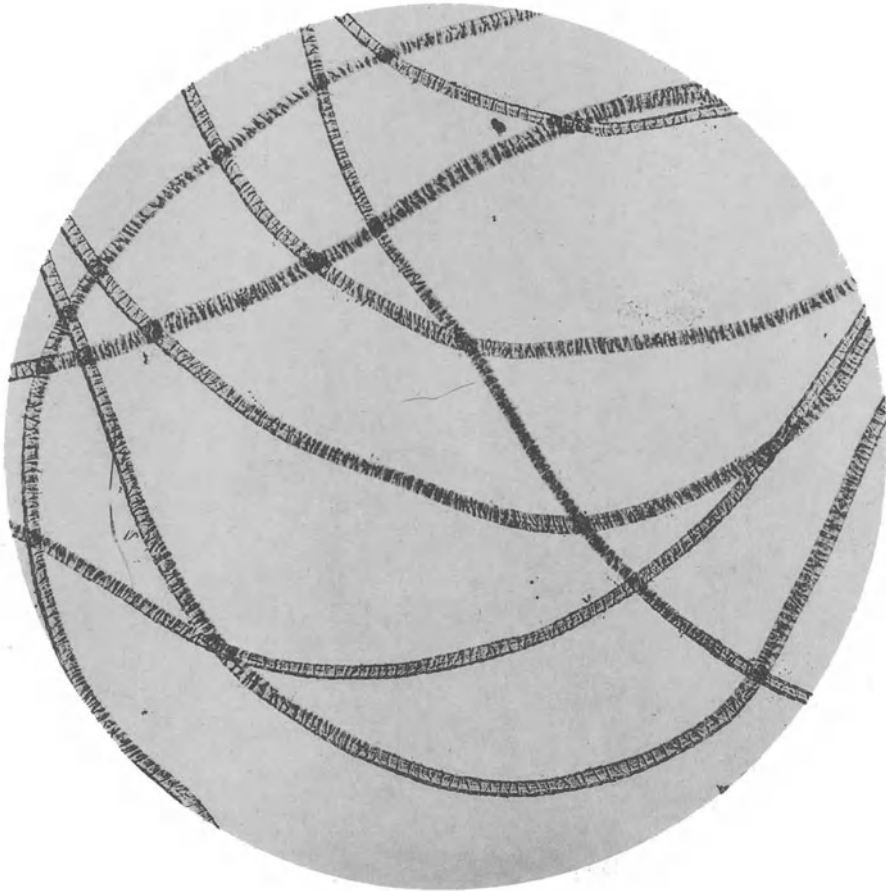
**Leinen**

Vergr. 125



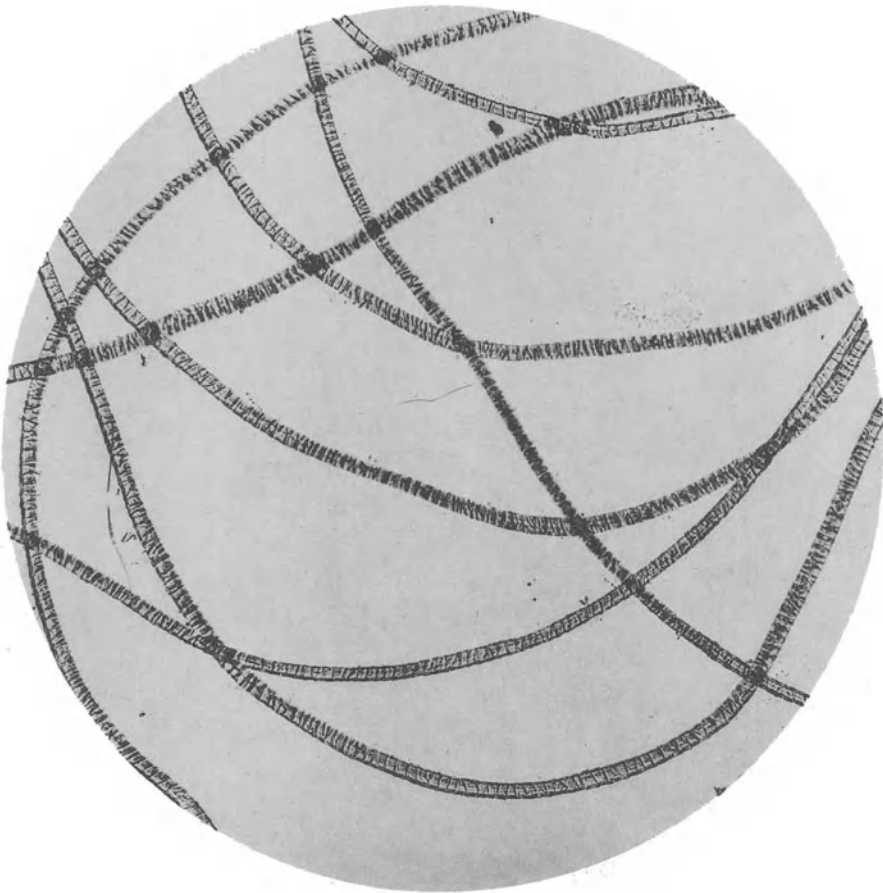
**Ramie**

Vergr. 125



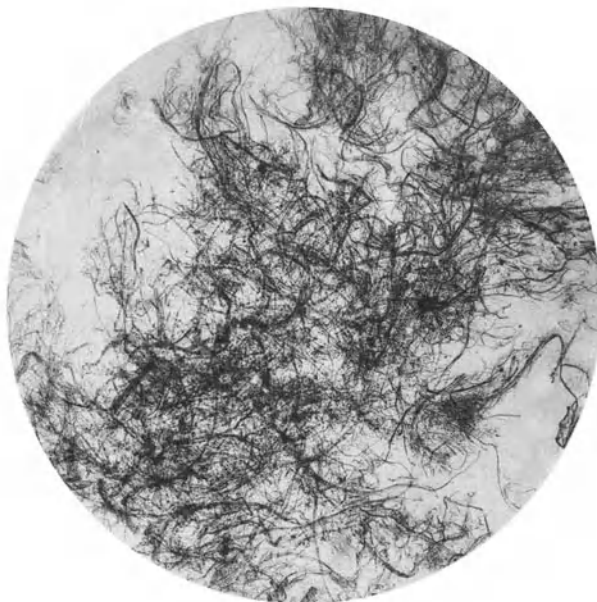
Wolle

Vergr. 125

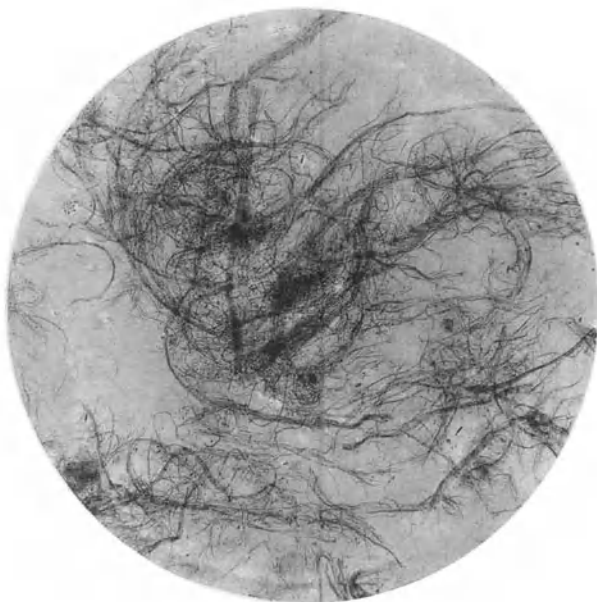


**Asbest**

Vergr. 125



Nr. 1. Zigarettenpapier



Nr. 2. Holländisches Banknotenpapier



Nr. 6. Normalpapier 1



Nr. 7. Deutsches Photographiepapier

# Verschiedene Mahlungszustände von Papierfasern

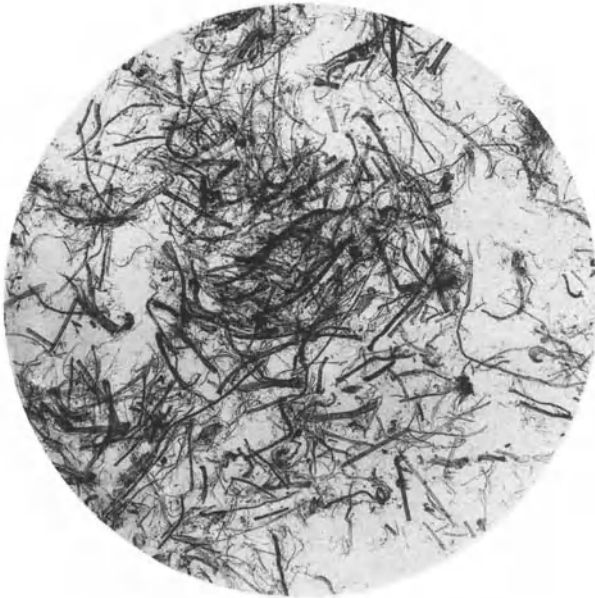
Vergr. 25



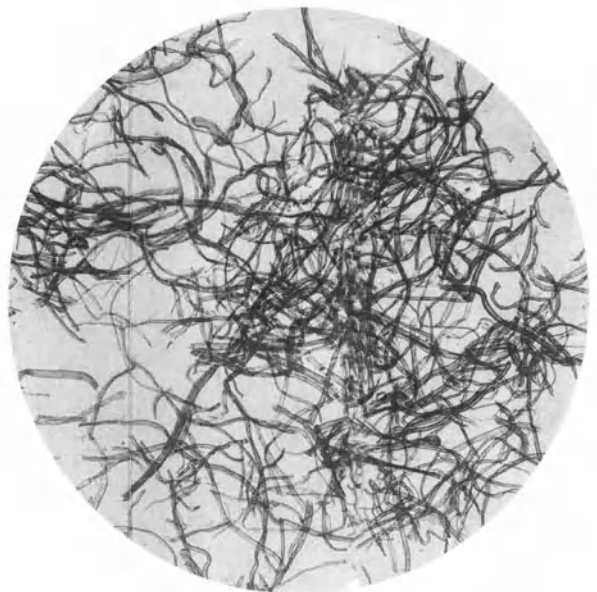
Nr. 3. Normalpapier 1



Nr. 4. Urkundenpapier aus ungebleichten Lumpen



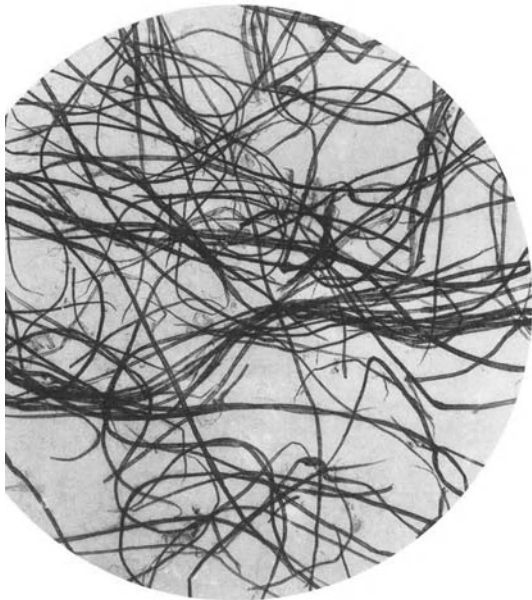
Nr. 8. Französisches Photographiepapier



Nr. 9. Löschpapier



**Nr. 5. Normalpapier 1**

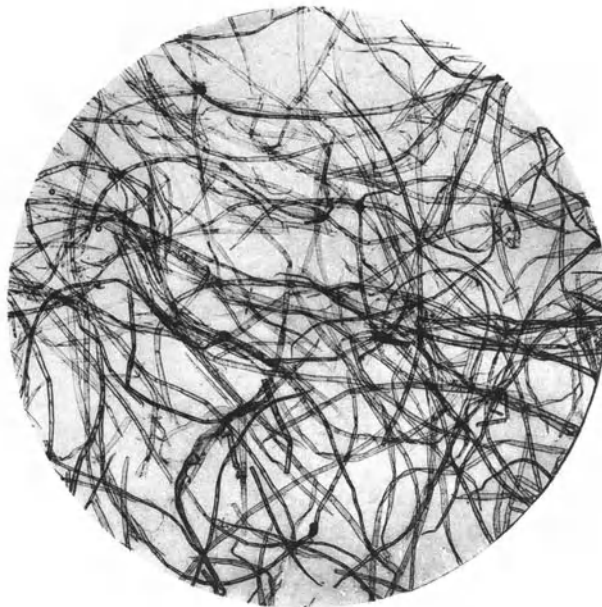


**Nr. 10. Manilapackpapier**

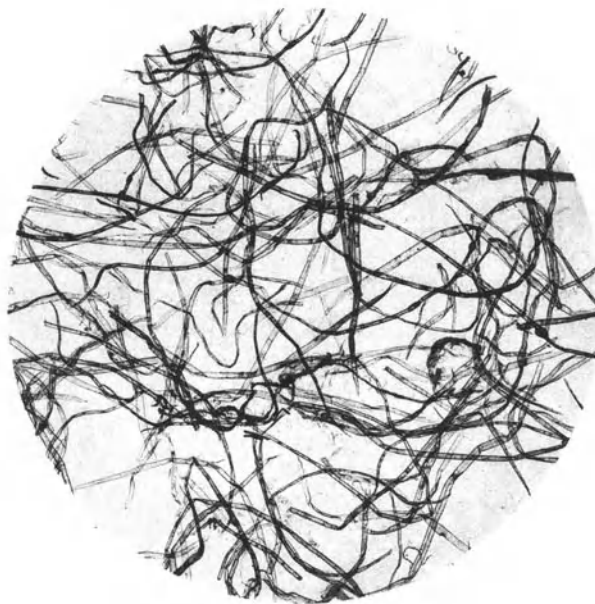


Verschiedene Mahlun-  
gebleichtem Su-  
(Holländerma-

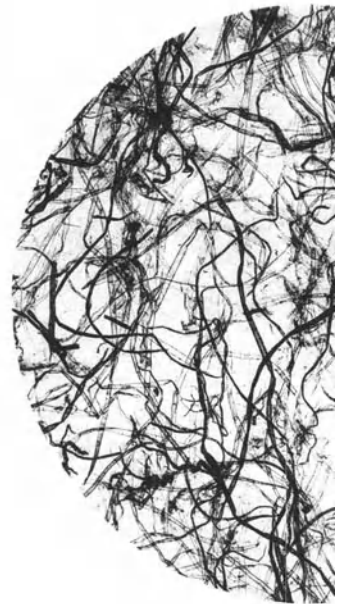
Vergr. 25



Nr. 1. Ungemahlener Stoff;  
Mahlgrad 13 (nach Schopper-Riegler)



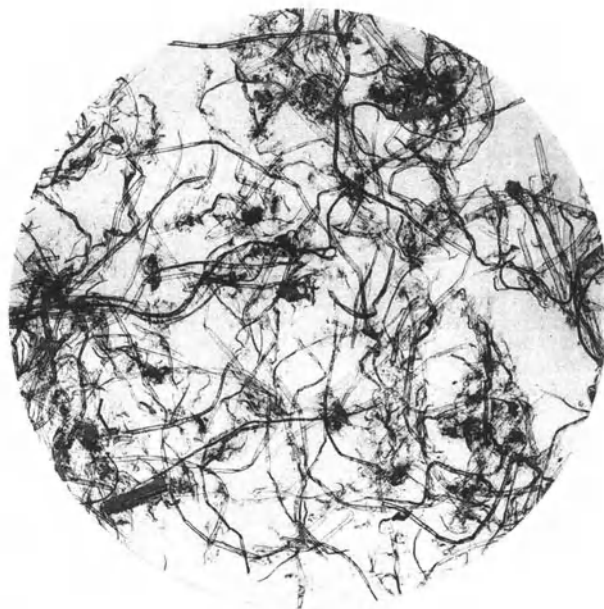
Nr. 2. Mahldauer  $\frac{1}{2}$  Stunde;  
Mahlgrad 26



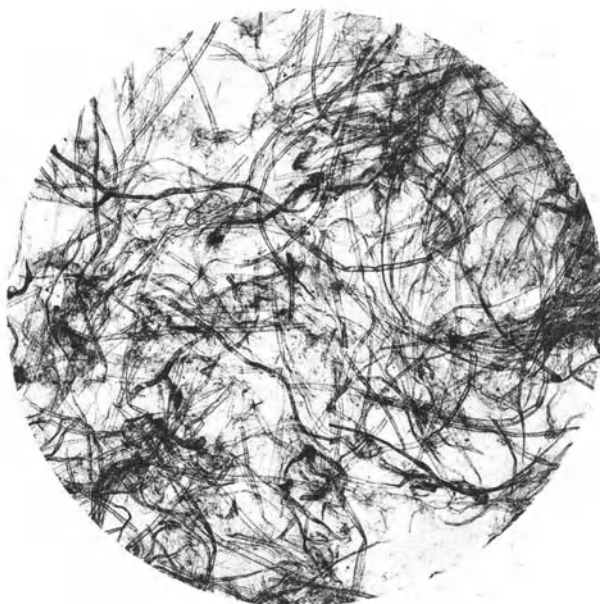
Nr. 3. Mahldauer 1  
Mahlgrad 5



auer 1 Stunde;  
rad 52



Nr. 4. Mahldauer 1 1/2 Stunde;  
Mahlgrad 70

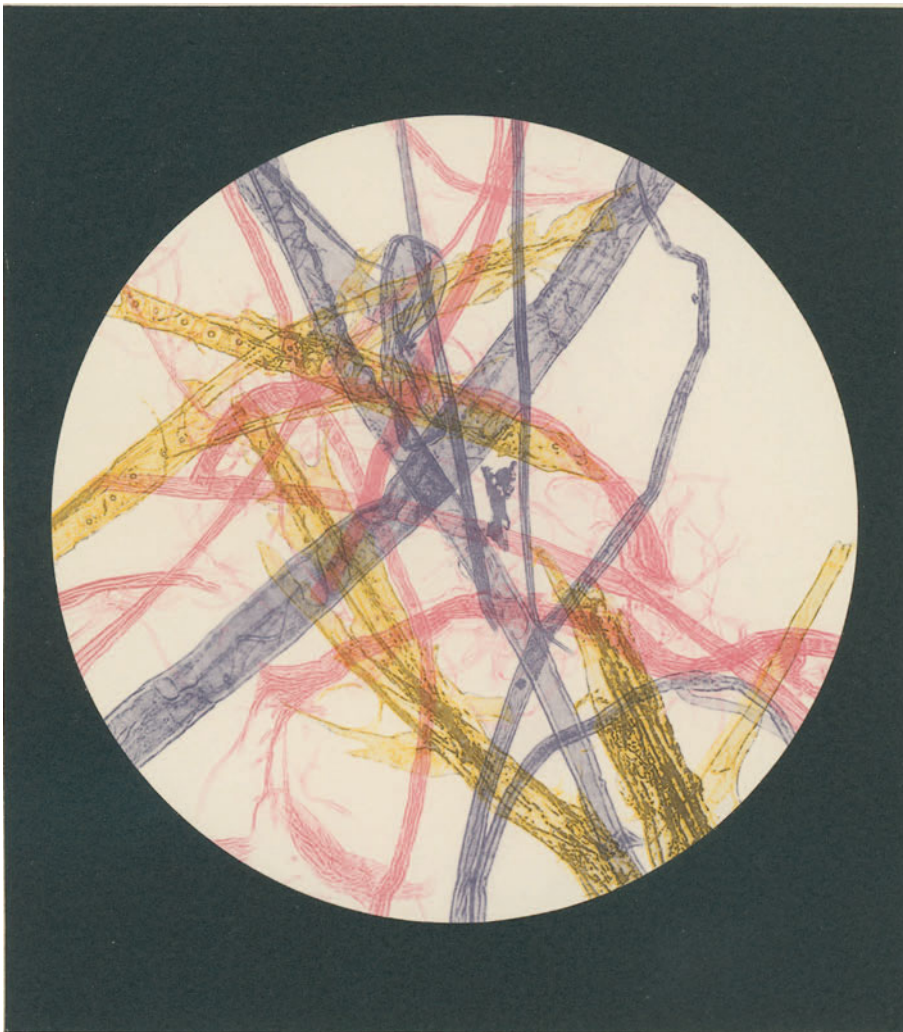


Nr. 5. Mahldauer 2 Stunden;  
Mahlgrad 80



**Färbung der Fasern in Jod-Jodkaliumlösung**

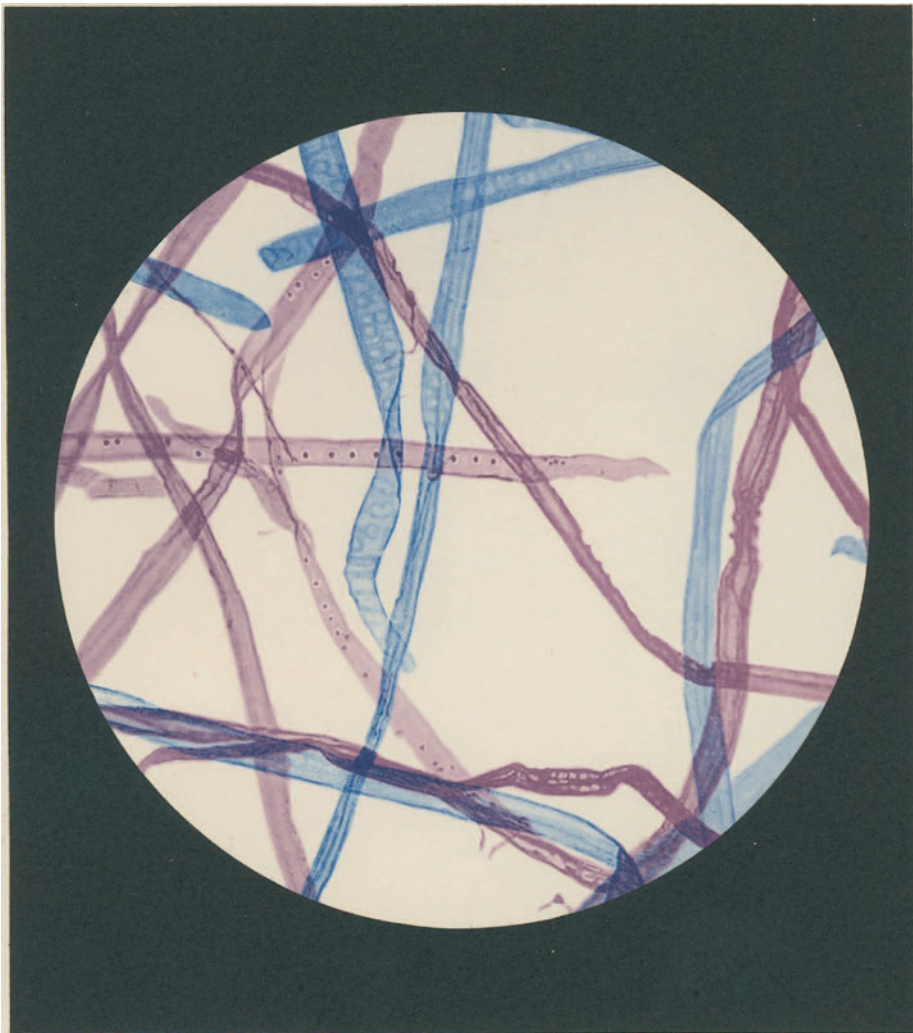
Leinen, Baumwolle . . . . .	braun
Holz- und Strohzellstoff . . . . .	grau
Holzschliff . . . . .	gelbbraun



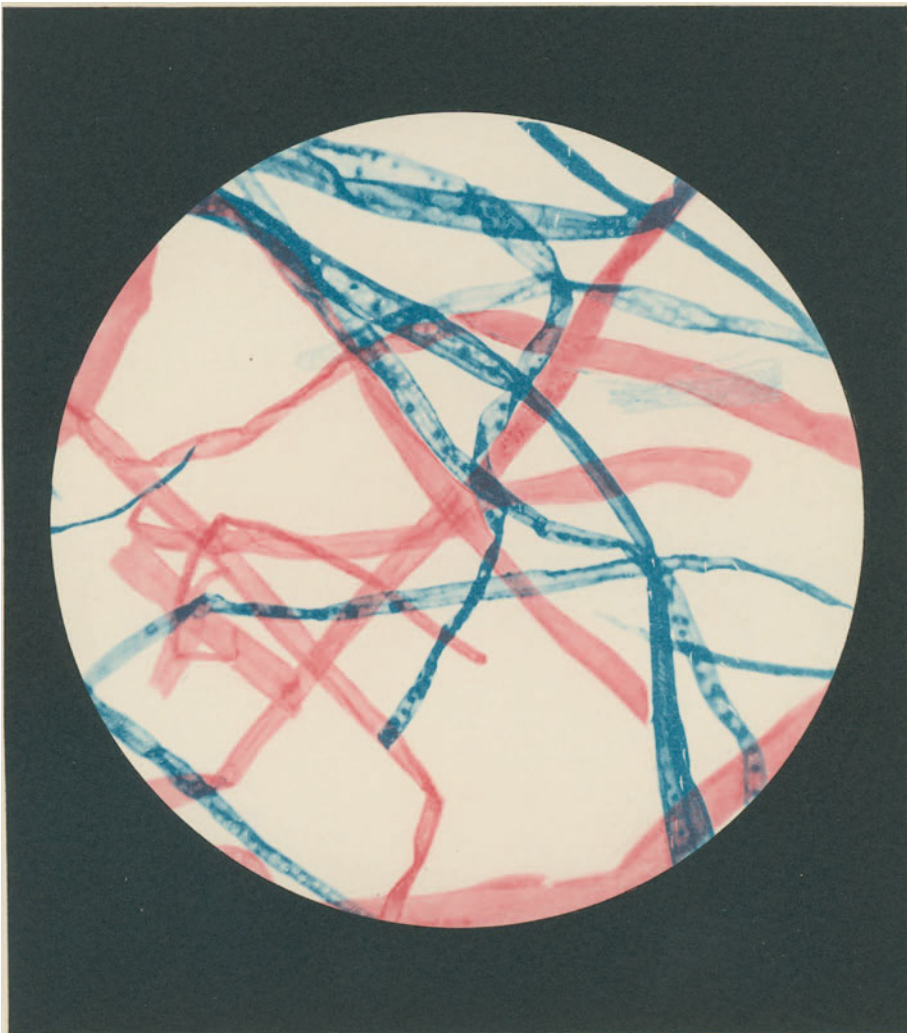
**Färbung der Fasern in Chlorzinkjodlösung**

Leinen, Baumwolle . . . . .	weinrot
Holz- und Strohzellstoff . . . . .	violett
Holzschliff . . . . .	gelb

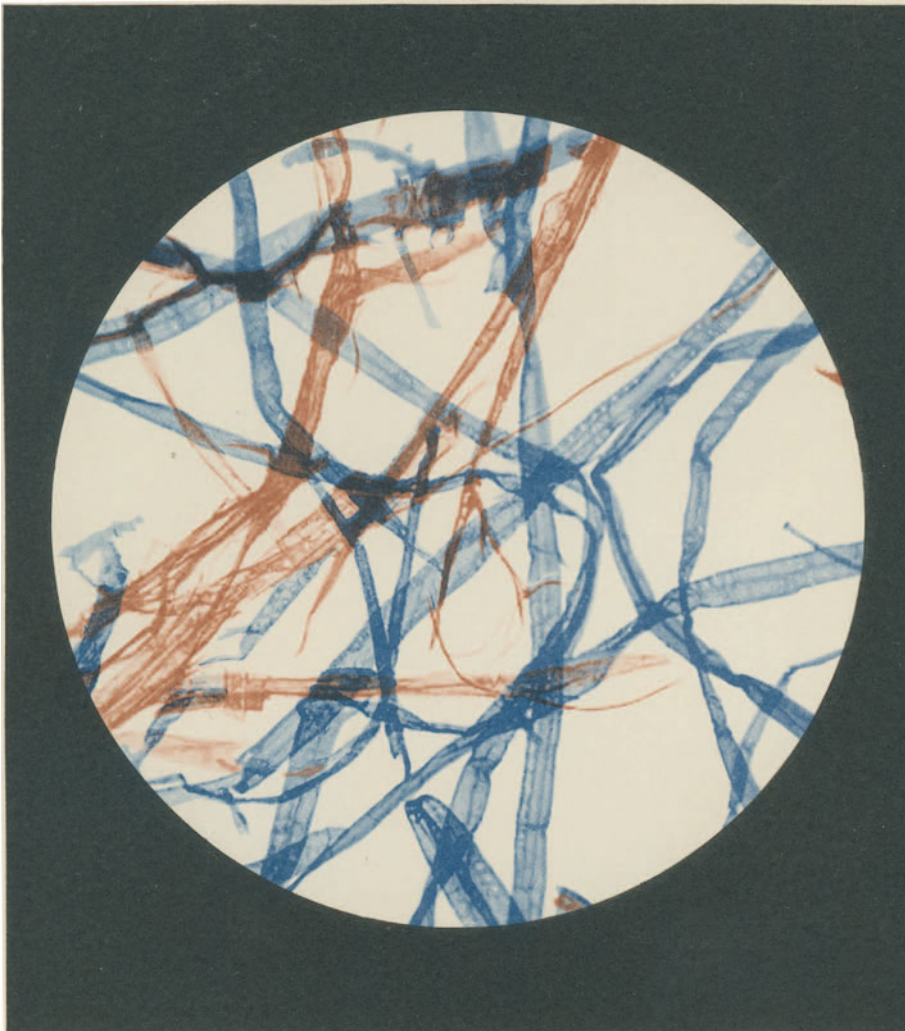




**Anfärbung nach Lofton-Merrit**  
Ungebl. Sulfitzellstoff . . . . . rot  
Ungebl. Natronzellstoff . . . . . blau

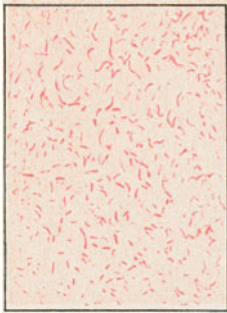


**Anfärbung nach Bright**  
Gbleichter Zellstoff . . . . . rot  
Ungebleichter Zellstoff . . . . . blau

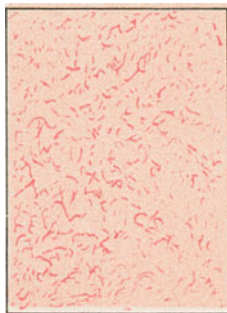


**Anfärbung nach Schulze**  
Zellstoff . . . . . blau  
Holzschliff . . . . . kastanienbraun

**Phloroglucinreaktion**  
bei Papieren mit geringem Holzschliffgehalt.



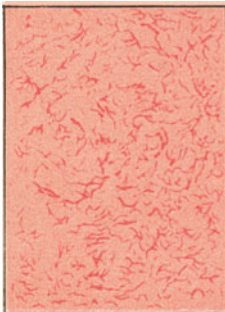
**0,5%**



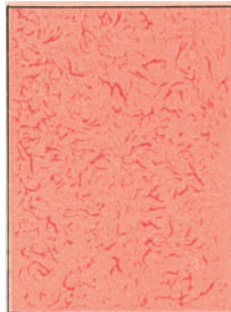
**1%**



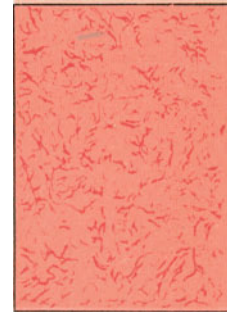
**2%**



**2,5%**



**3%**



**5%**