

# Eine einfache Reaktion zur Temperaturkontrolle bei der Herstellung pflanzlicher Aschenbilder

Von PROF. DR. JOSEF KISSER  
und WILHELM SERENTSCHY

(Botanisches Institut der Hochschule für  
Bodenkultur in Wien)

Mit 1 Abbildung

Durch Veraschung läßt sich leicht ein Bild von dem Grad der Mineralisierung pflanzlicher Gewebe gewinnen. Die Aschen der meisten Pflanzen sind aber keineswegs strukturlos. Gewisse Aschenbestandteile, vor allem Verkieselungen, Zystolithen oder durch den Veraschungsprozeß in Kalziumkarbonat umgewandeltes Kalziumoxalat, verleihen der Asche durch ihr Vorhandensein oder Fehlen, ihre Häufigkeit, ihre Form und ihren Feinbau oder durch ihre Anordnung und Verteilung oft eine sehr charakteristische Struktur, so daß das Aschenbild nicht nur für die rasche Orientierung über Mineralisierungen überhaupt, sondern im besonderen Maße auch für diagnostische Zwecke geeignet erscheint. Eine zusammenfassende Darstellung über dieses Gebiet findet sich bei KISSER (1931).

In methodischer Hinsicht ist besonders zu beachten, daß die Veraschung bei möglichst niedriger Temperatur durchgeführt wird, da es sonst leicht zu Schmelzungen der Kieselsäure und der vorhandenen Alkalien und Erden kommt, wodurch die mikroskopischen feineren Strukturen von Verkieselungen zerstört werden können. Ferner besteht die Gefahr der Verflüchtigung gewisser Alkaliverbindungen bei stärkerem Glühen, die schon bei Temperaturen über 700° C merklich werden. Man wird daher das Material anfänglich bei möglichst niedriger Temperatur verkohlen und dann zum Zwecke der Veraschung die Temperatur nur langsam, aber auf keinen Fall über 700° C hinaus steigern. Bei Temperaturen über 820° C wird ferner das Kalziumkarbonat der Asche bereits in Kalziumoxyd übergeführt. Die von einigen Autoren beobachtete starke Korrosion der Oberfläche ehemaliger Kalkoxalatkristalle bei zu starkem Glühen der Asche dürfte darauf zurückzuführen sein.

Soferne man nicht über die entsprechenden Behelfe und Einrichtungen verfügt, um die Temperatur während der Veraschung genau zu kontrollieren und man daher diese über der offenen Flamme vornehmen muß, fehlte bisher jede Möglichkeit einer einfachen Kontrolle, ob die Erhitzung nicht schon zu weit getrieben worden war und die Kalksalze in der Asche noch als Kalziumkarbonat vorliegen oder ganz oder teilweise schon in Kalziumoxyd übergeführt worden sind. Eine solche mikroskopische Kontrollmethode wird im folgenden nun mitgeteilt.

Phenol reagiert mit  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  unter Bildung von Ca-phenolat. Dieses ist jedoch im Wasser leicht löslich und nach den Angaben von BEILSTEIN (1931, S. 78) enthält eine bei 22,5° C gesättigte Lösung 27 g Ca-phenol-dihydrat. Dagegen ist Ca-phenolat Nitrobenzol unlöslich, worauf sich

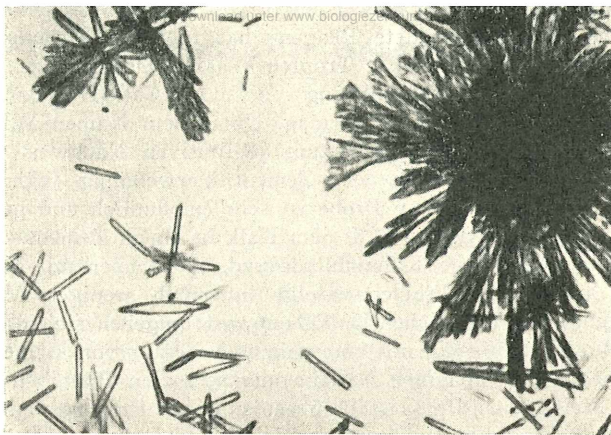
auch die mikroskopische Nachweismöglichkeit von  $\text{CaO}$  bzw.  $\text{Ca(OH)}_2$  gründet. Das hierzu verwendete Reagens hat folgende Zusammensetzung. 5 ccm Nitrobenzol, 5 g Phenol, 2 Tropfen Wasser. Der geringe Zusatz von Wasser ist notwendig zur Überführung von  $\text{CaO}$  in  $\text{Ca(OH)}_2$ , da das Phenol erst mit letzterem zu reagieren vermag. Unter dem Namen Whitesches Reagens findet diese Lösung auch zum qualitativen Nachweis von freiem Kalk in gemahlenem Klinker oder Zement Verwendung (vgl. LEA und DESCH, 1937, S. 101). Diese Probe ist sehr empfindlich und gestattet den Nachweis von weniger als 0,1 % freiem Kalk in einem Zement.

Mit Kalziumoxyd bzw. Kalziumhydroxyd, nicht aber mit Kalziumkarbonat und anderen Kalksalzen erfolgt innerhalb weniger Minuten die Kristallbildung. Bei reichlicher Kalkgegenwart umgeben sich die einzelnen Partikelchen strahlenförmig mit einem dichten Gewirr von kleinen Kriställchen, die die Form von feinen Nadeln oder schmalen Plättchen aufweisen. Allmählich breiten sich die Kristalle über das ganze Präparat aus; diese frei entstehenden Kristalle erreichen wesentlich größere Längen. Neben Nadeln und Plättchen kommen häufig auch schlanke Doppelpinsel vor. Bei längerem Liegenlassen  $\text{CaO}$ -reicher Aschen, etwa über Nacht, vergrößern sich die Kristalle zu breiteren Plättchen, Fächern oder kurzen gedrungenen prismatischen Formen, bedingt durch die allmähliche Durchdringung der  $\text{CaO}$ -Herde durch das Reagens. Das strahlige Auftreten der Ca-phenolat-Kristalle ist besonders schön in Oxalat- und Zystolithen-Aschen zu sehen. In kalkarmen Aschen braucht die Kristallbildung etwas länger, etwa 5—10 Minuten. Bei sehr kalkarmen Aschen ist es zweckmäßig, die Präparate bis zu etwa einer Stunde liegenzulassen, um auch Spuren nachzuweisen. Die Ca-phenolat-Kristalle zeigen starke Doppelbrechung; die Verwendung des Polarisationsmikroskops ist daher hier besonders zu empfehlen, vor allem, wenn es sich um die Sichtbarmachung spärlicher Kristallvorkommen in  $\text{CaO}$ -armen Aschen handelt.

Die Anfertigung von Dauerpräparaten von Aschenpräparaten mit dem Reaktionsprodukt ist nicht möglich, da sich die Kristalle in wäßrigen Lösungen leicht lösen und beim Auswaschen des Reagens mit organischen Solventien (Äthanol, Äther, Benzol) das Kalziumphenolat unter Bildung von Phenol und  $\text{Ca(OH)}_2$  zerfällt.

Die Brauchbarkeit dieser Reaktion erweist sich sofort, wenn man Aschen, die bei niederen und höheren Temperaturen gewonnen wurden, vergleichend prüft. So zeigten z. B. im Muffelofen bei  $540^\circ\text{C}$  hergestellte Blattsachen von *Morus nigra*, *Humulus lupulus*, *Urtica urens*, *Ficus elastica*, *Parthenocissus hederacea* u. a., ferner Sproßaschen von *Opuntia* sp. sowie Holzaschen von *Picea excelsa*, *Fagus silvatica* und *Quercus robur* keinerlei Bildung von Ca-phenolat-Kristallen, dagegen überaus reichliche Kristallbildung nach Veraschung bei  $900^\circ\text{C}$ , entsprechend der Umwandlung von Kalziumkarbonat in Kalziumoxyd bei  $820^\circ\text{C}$ .

Wir haben im Anschluß daran wahllos verschiedene Pflanzenteile nach der bisher vielfach geübten Art im Porzellantiegel oder auf dem Platinblech ver-



*Abb. 1. Kristalle von Ca-phenolat; links unten Einzelkristalle, rechts ein Körnchen von CaO mit einem Strahlenkranz von Kristallen. Vergrößerung 160:1*

ascht. Trotz Erhitzung mit kleiner und nur wenig heißer Flamme waren die Ergebnisse anfänglich recht ungleich, einmal war Kalziumoxyd reichlich nachzuweisen, das andere Mal wieder nicht. Aber auch dies ließ sich durch systematische Versuche mit Hilfe unserer Reaktion leicht aufklären, und damit konnte auch der Weg für eine einwandfreie Herstellung von Pflanzenaschen ohne Überhitzung festgelegt werden.

Wird das Material kontinuierlich, wenn auch mit kleiner Flamme erhitzt, so tritt zunächst Bräunung, dann Schwärzung und Verkohlung ein und schließlich setzt, wenn der Entflammungspunkt der kohligen Masse erreicht ist, ein sehr plötzliches helles Verglimmen oder Verbrennen der Kohle ein. Der CaO-Nachweis fällt jetzt stark positiv aus. Denn das plötzliche Entflammen ist anscheinend mit einer starken lokalen Hitzeentwicklung verbunden, die bei  $\text{NO}_3$ -haltigen Pflanzenteilen durch den freiwerdenden  $\text{O}_2$  noch weiter gesteigert werden kann. Deshalb wird ja auch zur Erzielung reiner kohlenstofffreier Aschen der kohlige Rückstand bei schwer verbrennbaren Substanzen mit einer 2% igen Ammonnitratlösung befeuchtet. Wird aber das Material mit der gleichen Flamme nur ganz langsam erhitzt, indem die Erhitzung wiederholt unterbrochen und die Flamme unter dem Tiegel oder Platinblech weggenommen wird, so erfolgt das Verbrennen der Kohle nur langsam und es resultiert eine Asche, die völlig frei von CaO ist. Am sichersten aber läßt sich eine störungsfreie Veraschung durch langsames Erhitzen im Muffelofen bis auf die gewünschte Temperatur erreichen, wobei man zweckmäßig als Unterlage Quarzglas oder ein schwer schmelzendes Glas verwendet.

Soferne man keinen Ofen mit regelbarer Temperatur zur Verfügung hat

und genötigt ist, die Veraschung im Porzellantiegel, auf Platin oder mit Hilfe sonstiger Veraschungsrichtungen über offener Flamme durchzuführen, ermöglicht die beschriebene Reaktion somit eine sehr einfache Kontrolle, ob unter den gegebenen Bedingungen die zulässige Veraschungstemperatur überschritten worden ist oder nicht. Diese Reaktion hat ferner den Vorteil, daß bei ihrer Ausführung die Struktur der Asche nicht verändert wird. Denn das Reagens reagiert nicht mit den Oxyden, Hydroxyden und Karbonaten des K, Na und Mg, ebenso auch nicht mit  $Al_2O_3$ , die neben Ca-Salzen in Pflanzenaschen häufig vorkommen.

### Literatur

*Beilstein*, Handb. organ. Chemie, 4. Aufl.,  
I. Erg.-Werk, 6 (1931).

*Kisser J.*, Methodik der Herstellung  
pflanzlicher Aschenbilder und Kiesel-  
skelettesowie von Anthrakogrammen.

In: *Abderhalden E.*, Handb. biol.  
Arbeitsmeth **XI** (1931), 4: 193—236.

*Lea F. M. und Desch C. H.*, Die Chemie  
des Zements und Betons. Berlin,  
1937.

## Zur Frage des Hämatoxylinersatzes durch den Saft der Holunderbeeren

Von PROF. DR. GEORG B. GRUBER, Göttingen

Unter Bezugnahme auf meine Mitteilung in „Mikroskopie“ 4 (1949), 5/6: 187 sei folgendes nachgetragen, was sich inzwischen klären ließ:

Nicht Paul DÖHLE in Kiel, sondern die einstige technische Assistentin des Kieler Pathologischen Institutes, Frä. Wilhelmine SCHMIDT, hat die Brauchbarkeit des Holunderbeerenfarbstoffes für histologische Zwecke erkannt, aber nicht publiziert. Sie schrieb mir am 14. Oktober 1949 aus Kiel folgendes: „Während des ersten Weltkrieges, etwa im September 1917, als der Hämatoxylinvorrat zur Neige ging, kam mir, als ich die intensiv blauviolette Färbung meiner Hände beim Einkochen von Fliederbeeren (so nennt man die Holunderbeeren hier) sah, der Gedanke, diesen Farbstoff vielleicht als Hämatoxylinersatz zu verwenden. Ich kochte die Fliederbeeren, filtrierte, versetzte das Filtrat mit Kaltalaun, wie beim Hämatoxylin, und färbte. Das Resultat war überraschend: eine tiefschwarze, äußerst klare Kernfärbung. Als ich Geheimrat BOEHLE die Präparate zeigte, war er restlos begeistert und empfahl mir dringend, die Sache weiter auszuarbeiten. . . Sehr gefreut habe ich mich über die Haltbarkeit der gefärbten Präparate. Nach 20 Jahren waren sie noch unverändert! Leider sind mir diese zusammen mit anderen wertvollen Präparaten, darunter eine schöne Nervenfaserfärbung, die ich ausgearbeitet, aber noch nicht veröffentlicht habe, entwendet worden.“

Ich halte es für richtig, das Verdienst von Wilhelmine SCHMIDT in dieser technischen Frage festzustellen.

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Mikroskopie - Zentralblatt für Mikroskopische Forschung und Methodik](#)

Jahr/Year: 1949

Band/Volume: [4](#)

Autor(en)/Author(s): Kisser Josef, Serentschy Wilhelm

Artikel/Article: [Eine einfache Reaktion zur Temperaturkontrolle bei der Herstellung pflanzlicher Aschenbilder. 376-379](#)