

# Mikro Forum

Virtuelles Treffen 24.1.2021

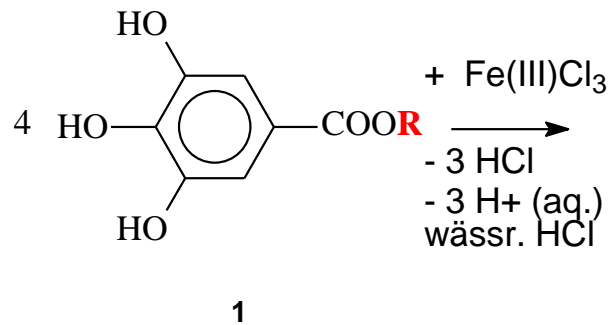
## Erfahrungsaustausch zur Kernschwarz- Färbung



# Besteht eine Analogie zwischen Kernschwarz und der Eisengallustinte?

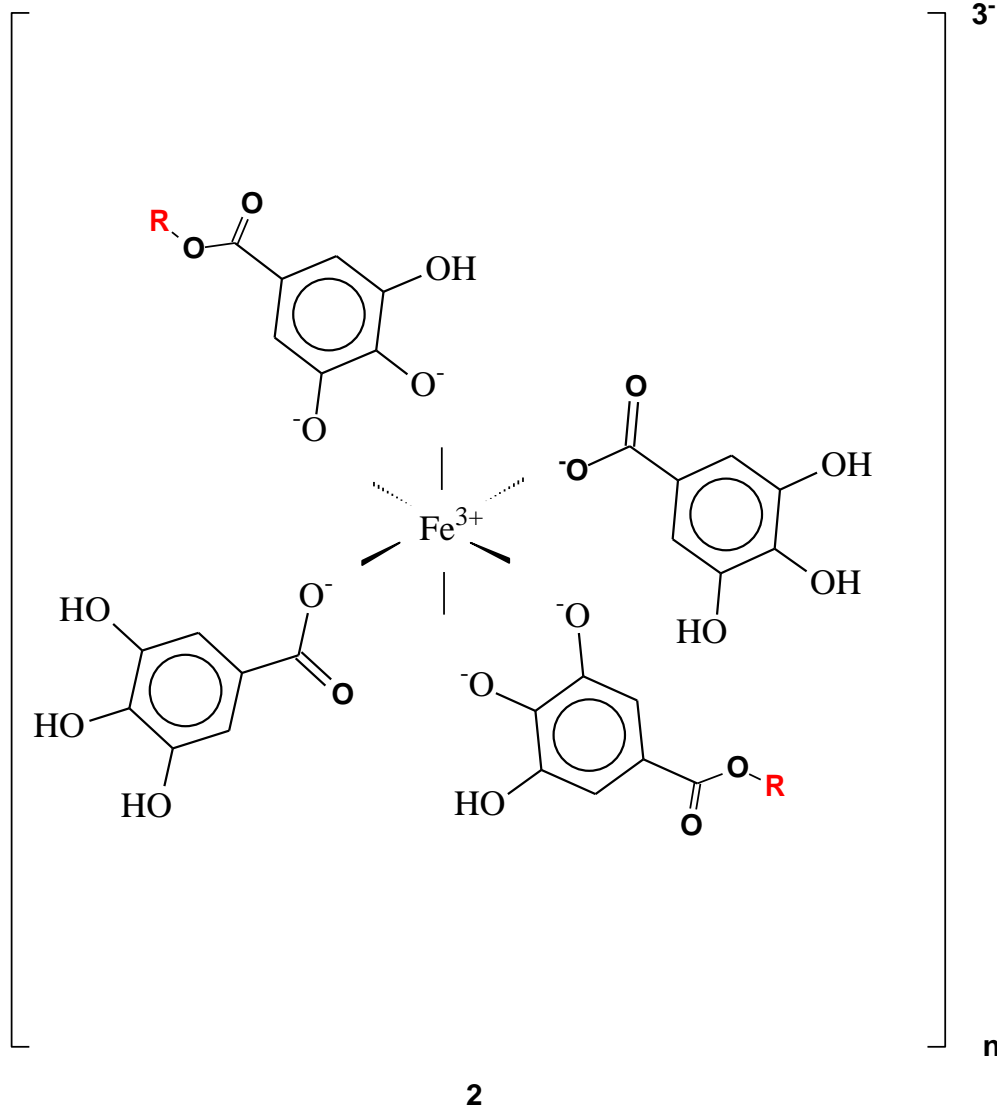
- ist Kernschwarz als Feststoff gleichwertig zu einem Eisen-Gallussäure-Komplex, der *in situ* durch Luftsauerstoff gebildet wird???
- der Eisen(III)komplex mit Gallussäure ist im ammoniakalischen Bereich stabil, im Säuren flockt er ohne weitere Hilfsstoffe aus, selbst in niedrigen Konzentrationen
- fertig vorgebildete Komplexe mit Fe(III) führen zu einer schwachen unspezifischen Anlagerung. Diese Anlagerung ist z. T. auch reversibel, daher besser Färbung am Ende einer Mehrfachfärbung?
- die 2-Komponenten Lösung erbringt die besten Resultate
- ohne Tannin-Zusatz funktioniert es nicht zufriedenstellend (Wandbeschlag, Mikroklumpen)

# Chemie



**R = H (Gallussäure)**

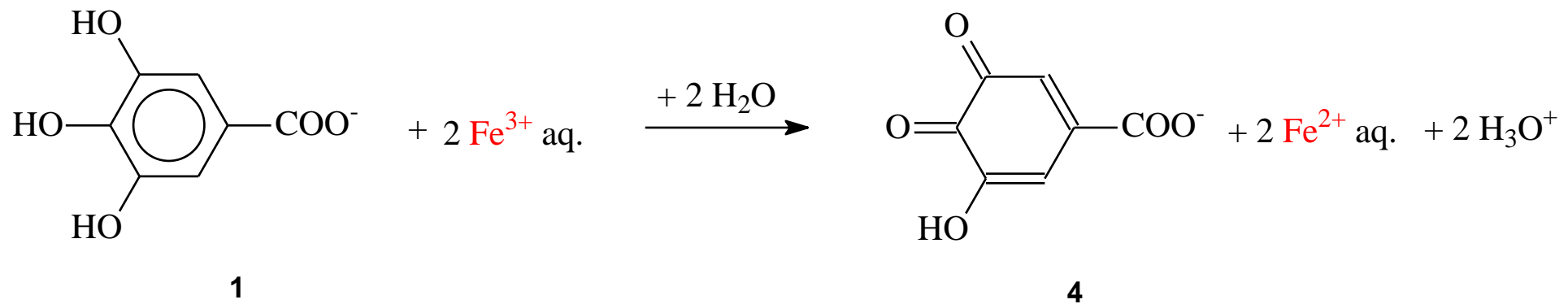
**R = Tetra(di)galloylglucose**



jedes Eisen-Ion ist  
oktaedrisch über die  
Sauerstoffatome koordiniert.  
Eine weitere Assoziation von  
 $\text{Fe}^{3+}$  führt zur Bildung eines  
dreidimensionalen  
Netzwerkes

**Abb. 1:** Schema eines möglichen Eisen(III)-Komplexes mit Gallussäure und Tannin **1**

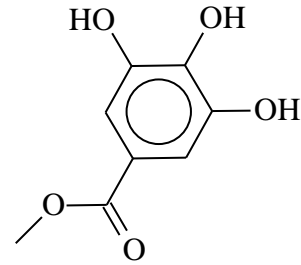
# Mögliche Nebenreaktionen



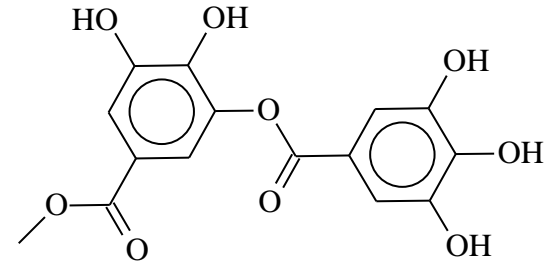
**Abb. 2:** Gallussäure **1** als Reduktionsmittel kann die Farbigkeit mit der Zeit verringern

pro Fe<sup>3+</sup> werden 2 Protonen gebildet

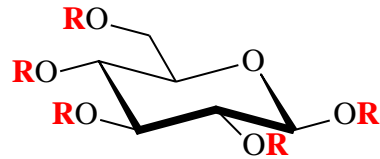
# Tannin



**R** = Gallussäure-Rest



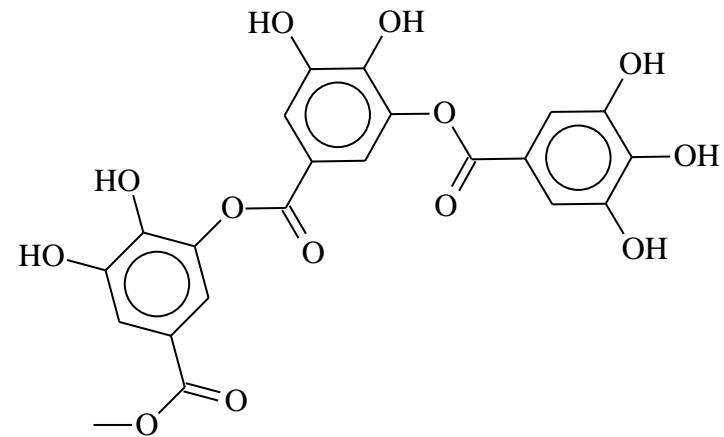
**R** = Digalloyl-Rest



## Tannin

(Gemische von Pentagalloylglucosen  
 $C_{76}H_{52}O_{46}$ )

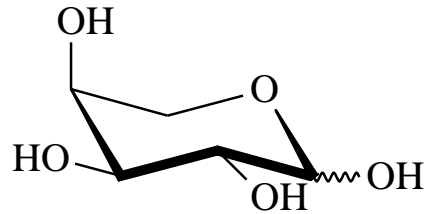
965.25 g/mol



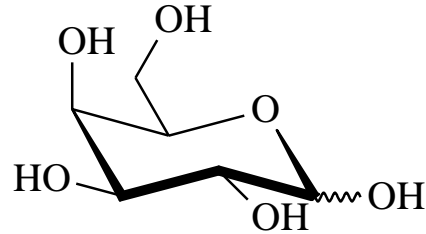
**R** = ggf. Digalloylgallussäure-Rest

**Abb. 3:** Schema von Tannin

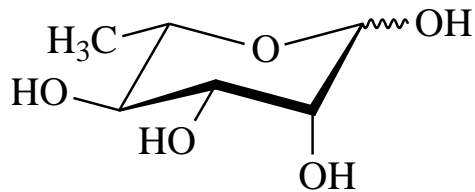
# Gummi arabicum



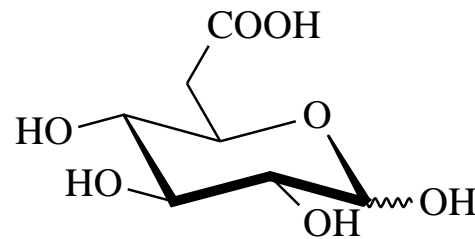
D- und L-Arabinose



D-Galactose



L-Rhamnose

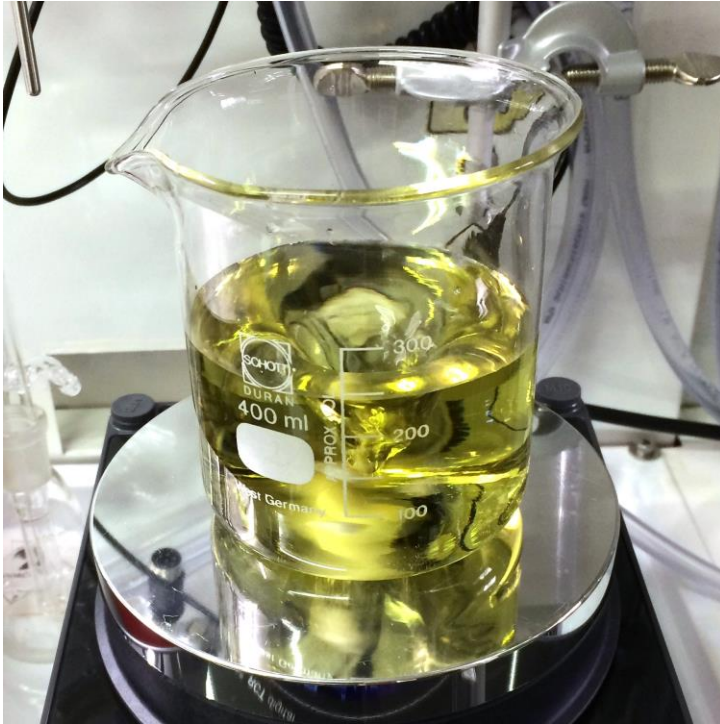


D-Glucuronsäure

- Gemisch aus den Kalium-, Kalzium- und Magnesiumsalzen der **Polyarabinsäure** (verzweigtes Polysaccharid bestehend aus L-Arabinose, D-Galaktose, L-Rhamnose und D-Glucuronsäure im Verhältnis 3 : 3 : 1 : 1)
- mittlere Molekülmasse von 350 000 g/mol (ca. 2000 Zuckermoleküle pro Polysaccharid)
- sehr gute Emulgier- und Dispergiereigenschaften

**Abb. 4:** Bausteine Gummi arabicum

# Löslichkeit Gallussäure/Tannin



**Abb. 5:** angesäuertes Gemisch aus Gallussäure und Tannin & Gummi arabicum, dann Zugabe von  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



# Isolierter Feststoff nach Mayer



Mayer, P., Zur Färbung des Glykogens, *Zeitschr. f. wiss. Mikroskopie*, 1909, Bd. XXVI, Heft 4, S.518 ff.



# Rezeptur Version 3 (aktuelle Version)

Eisentinte sauer, 2 Komponenten:

## Lösung A:

1.17 g (ca. 1.2 mmol) Tannin und 385 mg (2.26 mmol) 3,4,5-Trihydroxybenzoesäure **1** werden in schwach erwärmtem 20 ml dest. Wasser gelöst, Zugabe von

- 500 mg (ca. 1.4 µmol) Gummi arabicum gelöst in 10 ml dest. Wasser
- 457 µl 24%iger Salzsäure (125 mg HCl, 3.43 mmol)
- etwas Thymol

aufgefüllt auf 50 ml und Filtration nach dem Erkalten

## Lösung B:

Es wird eine 2%ige w/w Lösung von  $\text{FeCl}_3$  wasserfrei nach Filtration verwendet (ca. 123 mM bezogen auf  $\text{Fe}^{3+}$ )

Die Lösung **A** dunkelt bei Luftkontakt leicht nach. In der Lösung **B** kann sich mit der Zeit Rost absetzen (Trübung, dann filtrieren)

## Anwendung:

mit Lösung **A** Schnitte vorbehandeln und dann Teile der Lösung **B** zugeben, kurz einwirken lassen und waschen.

Überschuss an Eisen unbedingt vermeiden!

# Rezeptur Version 4

Eisentinte sauer, 2 Komponenten, ohne Gummi arabicum:

## Lösung A:

0.9 g (ca. 0.93 mmol) Tannin (Kremer Pigmente) und 350 mg (2.06 mmol) 3,4,5-Trihydroxybenzoesäure (S3 Chemicals) werden in vorher abgekochtem 20 ml dest. Wasser gelöst, Zugabe von

- 150 mg (1.19 mmol) Oxalsäure

- etwas Thymol

aufgefüllt mit dest. Wasser auf 50 ml. Einige Tage stehenlassen/nach Erkalten filtrieren.

## Lösung B:

Es wird eine 2%ige w/w Lösung von  $\text{FeCl}_3$  wasserfrei nach Filtration verwendet (ca. 123 mM bezogen auf  $\text{Fe}^{3+}$ )

Die Lösung **A** dunkelt bei Luftkontakt leicht nach. In der Lösung **B** kann sich mit der Zeit Rost absetzen (Trübung, dann filtrieren)

## Anwendung:

mit Lösung **A** Schnitte vorbehandeln und dann Lösung **B** zutropfen (bis ½ Volumen Lösung A), kurz einwirken lassen und waschen.

Überschuss an Eisen unbedingt vermeiden!