

3996 - 30/301 et al.
166

004711

Herstellung von Paraffin-Emulsion zum Gebrauch in der Papierindustrie
Emulsionen, die sich für die Papier-Fabrikation eignen, dürften in erster Linie in stärkster Verdünnung mit dem Fasermaterial nicht koagulieren, infolgedessen kommen ehemisch instabile Emulsionen für diesen Zweck nicht in Betracht. Um für diesen Zweck stabile Emulsionen zu erhalten, kommen u.E. Emulsionen in Betracht, die durch Emulgierung von Paraffinen mit

- a) eine Tonsuspension
- b) Eiweissauflösung
- c) Sulfatablauge hergestellt sind und die
- d) durch Umsetzung der bei der chemischen Arbeitsweise (Emulgierung mit Lauge) erhaltenen negativen Emulsionsteilchen mit z.B. Aluminiumchlorid (d.h. Emulgatoren, die man unter starkem Rühren mit einer überschüssigen Aluminiumchloridauflösung erhält)

Eine Erschwerung bei der Bereitung nach c) ist die dunkle Farbe der Sulfatablauge, während die Herstellung nach d) wegen bestehender Patente wahrscheinlich nicht durchgeführt werden kann. In erster Linie müsste die Möglichkeit der mit Ton oder Eiweis hergestellten Emulsionen untersucht werden.

Emulgierung von Paraffin mit Ton

Die Emulgierung wird ausgeführt in einem einfachen Mischgerät mit Schaufeln und Kehrschotten. Paraffin (Schmelzpunkt 54°C) wird langsam zugefügt zu einer Tonsuspension, die zuvor mit Oxalsäure eingestellt war. Die Temperatur betrug beim Emulgieren ca. 65°C.

Das Resultat war, wie aus Tabelle 1 hervorgeht, nicht günstig. Hinzufügen von Aromaten, wie z.B. Harz und Teer, ergab keine besseren Ergebnisse.

Tabelle 1

Emulgieren von Paraffin mit Ton in einem Mischapparat						
Olphase	! Ton	! % Ton	! % Oxalsäure/Ton	! Emulsi		
Paraffin Schmelzpkt. 54°C	Victoria	15	1	keine		
"	"	"	2	"		
"	"	"	3	"		
+ 5% franz. Harz	"	"	2	"		
Paraffin Schmelzpkt. 54°C	IJ-Bentonit	7,5	1,5	sehr gr Bö Emul sion.		

Teilchengröße ca. 25

Emulgieren des Paraffins mit einer Eiweissaauflösung

Die Emulsionen wurden hergestellt mit Hilfe von Kasein, mit 100g in einer Hurrel-Mühle.

Die Temperatur des Paraffins war bei der Bearbeitung 70 bis 80°, die der Wasserphase 60°. Um ein gut homogenes Produkt zu erzielen, wird die Emulsion noch zweimal durch die Mühle geschickt. Der Schmelzpunkt des Ausgangsparaffins betrug 54°. Bei der Emulgierung einer Auflösung, welche aus 2% Kasein (Organon) und 0,14% KOH (7% auf Kasein) erhält man eine grobe Emulsion, welche nach 1 Tag koagulierte. Durch Zufügung von Harz (französisches Harz) NZ 160, wurde eine günstigere Emulgierung erzielt. (siehe Tabelle 2).

Tabelle 2

Emulgierung von Paraffin in Kasein in der Hurrel-Mühle unter Hinzufügung von verschiedenen Mengen Harz

%Harz	!Wasser-!phase	!Paraffin-!gehalt d.!	!Gruppe v.!	!Gem.Teil-!	!nach 1Woche stehen
a. Paraffin	!	!Emulsion!	!ASTM 80!	!chen Ø!	!abgesch.!
!	!	!	!	!	!Form
!	!	!	!	!	!Hautbildung!
!	!	!	!	!	!Menge d.!
!	!	!	!	!	!Emulsion!
-	2% Casein 0,14% KOH	ca. 40	20	nach 1 Tag koaguliert	
1	"	"	1	3,6	47
2	"	"	0,5	3,0	48
3	"	"	0,5	2,7	44
4	"	"	0,1	2,5	33
5	"	"	0,1	2,3	12

Man sieht, dass man durch Zufügung von 5% Harz zu dem Paraffin eine merkbar günstigere Emulgierung erzielt. Eine noch günstigere Emulgierung wird erhalten, wenn man den Kaseingehalt der Wasserphase erhöht.

Tabelle 3

Einfluss der Variation des Caseingehaltes auf die Emulsion von Paraffin in der Hurrel-Mühle

%Harz	!Wasser-!phase	!Paraffin-!gehalt d.!	!Gruppe v.!	!Gem.Teil-!	!nach 1Woche stehen
a. Paraffin	!	!Emulsion!	!ASTM 80!	!chen Ø!	!abgesch.!
!	!	!	!	!	!Form
!	!	!	!	!	!Hautbildung!
!	!	!	!	!	!Menge d.!
!	!	!	!	!	!Emulsion!
5	2% Cas. 0,14% KOH	ca. 40%	0,1	2,3	10
5	0,35% KOH	5% Cas.	"	2,0	6
5	0,53% KOH	7% Cas.	"	1,8	-
5	0,70% KOH	10% Cas.	"	1,2	-

Bei höherer Kaseinkonzentration scheint keine Hautbildung mehr aufzutreten. Die Menge, 100 g Casein, wurde bei dieser Prüfung konstant gehalten.

Der Einfluss der 100 g Konzentration auf die Emulgierung geht aus den Versuchen der Tabelle 4 hervor.

Tabelle 4

Einfluss der Variation des 100 g Gehaltes auf die Emulgierung von Paraffin in der Murrel-Mühle mit Casein

Harz a. Paraffin!	Wasserphase	Paraffin-Gruppe v!	Gem. Teil-nach 1 Woche stehen	Hautbildung		
!	!	!gehalt d! ASTM 80 !	!chen Ø	!abgesch.!		
!	!Emulsion!	!	!	!Wasserph!		
!	!	!	!	!i.% der !		
!	!	!	!	!Menge d.!		
!	!	!	!	!Emulsion!		
S U S S S S S	2% Cas. 0,14% KOH	ca. 40	0,1	2,3	8	viel Haut
	" 0,45 "	"	"	1,2 "	3	keine "
	" 0,90 "	"	"	nach 1 Tag		geworden +steif
	5% Cas. 0,35 "	"	"	2,0	5	keine Haut
	5% Cas. 0,90 "	"	"	1,0 "	-	" "
	7 1/2% Cas. 0,50 "	"	"	1,8	-	" "
	7 1/2% Cas. 0,90 "	"	"	1,0	-	" "

Die günstigste Emulsion (feinste Dispersion und keine Hautbildung) wird erhalten bei 0,45% KOH und 2% Casein. (aeq. mit 2% Casein ist 0,1% KOH), und bei 0,9% KOH und 5% Casein (aeq. 0,25% KOH).

Bei niedriger 100 g Konzentration wurden die Teilchen gröber und bei 2% Casein trat beim Stehen Hautbildung auf. Bei höherer 100g-Konzentration (nur angewandt bei einer Emulsion mit 2% Casein) enthaltender Wasserphase wird die Emulsion wieder gröber und steif. Die günstigste Emulsion (d.h. 2% Casein, 0,45% KOH und 5% Harz auf Paraffin) zeigt beim Stehen wohl noch geringe Aufrahmung, doch liesse sich diese durch Rühren leicht homogenisieren.

Die beschriebenen Versuche für ein günstiges Emulgierungsrezept wurden ausgeführt mit einem Paraffin vom Schmelzpunkt 54°, das vorhanden war. Mit 2 von der Tia erhaltenen Muster, resp. mit Miri-Paraffin und synthetischem Paraffin von 84°C wurden anschliessend auch Emulsionen bereitet mit 2% Casein und 0,45% KOH. Schliesslich wurden auch einige Versuche aufgeführt, wobei in der Wasserphase anstelle von Casein Hautleim zugefügt wurde. Zum Vergleich wurden diese Versuche mit Paraffin, Schmelzpunkt 54°, ausgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 wiedergegeben.

Tabelle 5

Emulgierung verschiedener Sorten Paraffin in der Hurrel-Mühle, sowohl mit Casein als auch mit Leim in der Wasserphase

Paraff. kwal.	Harz a. Paraff.	Wasserphase Cas. %	Haut- Leim %	KOH %	Par. Geh. d. Emuls.	Gruppe ASTM	gem. Diam.	Con- stenzschlag	n. i. Nieder- Wasser- phase	Woche stehen Hautbil- dung
Miripar. 58/60	5	2	-	0,45	ca. 40%	0,2	1,5	5	keine	
"	5	-	2	"	"	2,5	2,-	10	einige	
Synth. Par.	5	2	-	"	"	0,3	1,5	2	keine	
Surpa DSY 84°C	5	-	2	"	"	nach 1 St koaguliert				
Par. 54°C	5	2	-	0,45	"	0,1	1,2	3	keine	
"	5	-	2	"	"	"	1,4	5	"	
"	5	5	-	0,90	"	"	1,0	-	"	
"	5	-	5	"	"	"	1,1	-	"	
"	5	10	-	"	"	"	1,0	-	"	
"	5	-	10	"	"	"	1,0	-	"	

Mit Paraffin Schmelzpunkt 54°C wurden bessere Resultate erzielt als mit Miriparaffin 58/60° und synthetischem Paraffin (Schmelzpunkt 80°). Trotzdem können auch mit den beiden letzten Paraffinen mit einer zwei-prozentigen Casein-Auflösung noch gute Emulsionen hergestellt werden.

Bei der Emulgierung von Miri 57/60 und synth. Paraffin erhält man mit einer 2%igen Caseinlösung feinere und stabilere Emulsionen als mit einer 2%igen Leimlösung. Beim Paraffin, Schmelzpunkt 54, ist die Emulgierung in beiden Fällen so gut, dass ein Unterschied beinahe nicht feststellbar ist. Die Stabilität beim Beimischen mit Fasermaterial und die mechanische Stabilität in der Pumpe von Emulsionen, hergestellt mit 2% Casein und 0,45% KOH befriedigen. (siehe Tabelle 6)

Als Desinfektionsmittel wurde zu allen Emulsionen 0,1% Formol (auf Emulsion berechnet) zugefügt. Nach 1 Monat stehen war bei keiner der Emulsionen ein Faulen herzustellen.

Zur Ausführung von Untersuchungen auf der Handmaschine wurden an die Abteilung AA die 2 in der Tabelle 5 beschriebenen Muster, mit Casein hergestellten Emulsionen von Miri- und synthetischem Paraffin abgegeben. Emulsionen, die mit Hautleim bereitet waren, wurden vorläufig nicht untersucht. Es wurde vorerst auch davon abgesehen, Emulsionen mit mehr Casein zu untersuchen, weil angenommen wurde, dass diese eine schlechtere Haftung ergeben, wegen ihrer grossen Stabilität. (siehe Seite 6)

Nach der Durchführung der Untersuchung auf der Handmaschine wird mit der Abteilung AA gesprochen werden über die Ausführung einer Prüfung auf der Papiermaschine, wozu noch 3 lt Paraffinemulsion bereitet wurden. Da die oben genannten Paraffinsorten für diese Prüfung nicht ausreichen, wurde ein Paraffin mit Schmelzpunkt 56 genommen. Dieses Paraffin, dem 5% Harz zugefügt wurden, wurde emulgiert mit in der Hurrel-Mühle in einer Wasserphase, die 2% Casein und 0,45% KOH enthielt. Die erhaltenen Emulsionen hatten folgende Eigenschaften:

Paraffingehalt	38,5%
Genisch-Teilchen \emptyset	1,4
Gruppe nach ASTM 70	0,1%

Stabilität der Paraffin-Emulsion

Zur Durchführung der Prüfungen in der Papiermaschine wurde die Stabilität nach Mischen mit Fasermaterial und die mechanische Stabilität untersucht, was den Punkt 1 anbetrifft, sieht man, dass die Emulsion mit 2% Casein und die mit 2% Leim ohne Koagulation völlig mischbar waren. Durch Zufügung von $Al_2(SO_4)$ schlug das Paraffin der Emulsion mit 5% Casein mehr auf der Faser nieder als mit 2% Casein. Um eine gute Haftung zu erreichen, ist eine Emulsion mit weniger Casein vorzuziehen.

Um ein Bild zu erhalten über den 2. Punkt, die mechanische Stabilität der Paraffin-Emulsion, die auf der Papiermaschine durch die Siebe läuft und zurückgepumpt werden muss, wurden diverse Emulsionen auf der für die EB Bitumenemulsion entwickelten Pump-Prüfmaschine durchgeführt. Die Ergebnisse der ausgeführten Prüfungen enthält Tabelle 6.

Tabelle 6

Pumpstabilität von Paraffin-Emulsionen

Qualität d. Paraffine	% Harz/Paraff.	Wasserphase	Teil-Gruppe d. Emulsion	Auslauf d. Pumpe
	%	%	diam. ASTM 70	
Paraffin Schmelzp. 54°	5	2	0,45 1,2	0,1 ganz schön
" "	5	5	0,90 1,0	0,0 " "
" "	5	7 1/2	0,90 1,0	0,0 " "
" "	5	-	2 0,45 1,4	0,2 " "
" "	5	-	5 0,90 1,1	0,0 " "
" "	5	-	10 1/2 0,90 1,0	0,0 " "
Miri " 57/60	5	2	0,45 1,5	0,1 " "
Surpa DSV 84° C	5	2	0,45 1,5	0,1 einige Verschmutzungen

Man sieht, dass alle untersuchten Emulsionen, mit Ausnahme der die mit synthetischem Paraffin bereitet waren, nach obigen Prüfungen völlig mechanisch stabil sind. Weitere Untersuchungen sollen von den Resultaten, welche mit den Emulsionen bei der Papierprüfung erhalten wurden, abhängen.

Laboratorium

N.V. De Bataafsche Petroleum Maatschappij
J.E. Brunneemann

Amsterdam, 11. Januar 1944