(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 25 466 T2** 2009.03.12

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 446 525 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 25 466.3**
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US02/29863**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 766 327.7**
(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2003/025284**
(86) PCT-Anmeldetag: **20.09.2002**
(87) Veröffentlichungstag der PCT-Anmeldung: **27.03.2003**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **18.08.2004**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **05.03.2008**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **12.03.2009**

(51) Int Cl.[8]: ***D21H 13/38*** (2006.01)

(30) Unionspriorität:
323389 P **20.09.2001** **US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR

(73) Patentinhaber:
Tex Tech Industries, Inc., North Monmouth, Me., US

(74) Vertreter:
Mitscherlich & Partner, Patent- und Rechtsanwälte, 80331 München

(72) Erfinder:
ERB, David F., Readfield, ME 04355, US; RITTER, Eric D., Monmouth, ME 04259, US; STANG, Lisa B., Stokesdale, North Carolina 27357-8583, US

(54) Bezeichnung: **FEUERBLOCKIERENDES BZW. -ISOLIERENDES PAPIER**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Hintergrund der Erfindung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Bogenmaterial, das im Folgenden als Papier bezeichnet wird, mit feuerhemmenden und wärmeisolierenden Eigenschaften. In den bevorzugten Ausführungsformen verhindert ein Papier gemäß der Erfindung die Ausbreitung und das Durchbrennen eines Feuers in einem Flugzeug gemäß den Spezifikationen in Titel 14 des U. S. Code of Federal Regulations Part 25, Parts VI und VII zu Appendix F, und in den vorgeschlagenen Änderungen an den Regulations, die im September 2000 im Federal Register, Vol. 65, Nr. 183, Seiten 56992–57022 veröffentlicht wurden und hier allgemein als 'FAA-Anforderungen" bezeichnet werden.

Beschreibung der verwandten Technik

[0002] Papier wird aus Fasern und optional anderen Materialien hergestellt, die in einem flüssigen Medium dispergiert und nicht verflüssigt sind, in der Regel, indem sie auf Drahtsieb angeordnet werden und dann darauf Druck ausgeübt wird, um einen Papierbogen herzustellen. Papier im herkömmlichen Sinne wird in der Regel aus Pflanzenfasern hergestellt, wie Cellulose, die in einem wässrigen Medium in der Regel mit Bindemitteln und Füllstoffen dispergiert ist, die auf einem sich drehenden Drahtsieb platziert und gerollt wird. „Papier" im weiteren Sinne, wie in dieser Beschreibung verwendet, umfasst jedoch jedes faserbasierte Material in Bogenform, das mit einer Papierherstellungstechnologie hergestellt werden kann.

[0003] Aus anorganischen Fasern hergestelltes Papier neigt dazu, eine geringere Zerreißfestigkeit und eine geringere Flexibilität als Papier mit hohen Anteilen an organischen Fasern aufzuweisen. Dies ist teils darauf zurückzuführen, dass die starren organischen Fasern weniger die Fähigkeit haben ineinander zu greifen und einen stabilen Papierbogen zu bilden. Papiere mit organischen Fasern, wie Zellulose, basieren auf starken Wasserstoffbindungen, um dem Bogen eine Zerreißfestigkeit zu verleihen. Diese Wasserstoffbindungen, die als Folge der polaren Anziehung zwischen den Wasser- und Hydroxylgruppen, die die Oberfläche der Zellulosefaser bedecken, gebildet werden, sind mit typischen anorganischen Fasern (wie Glas, Siliziumdioxid und Quarz) nicht möglich. Die Herstellung von Papier aus anorganischen Fasermaterialien mit hoher Hitze- und Flammenbeständigkeit, das die Flexibilität und die Zerreißfestigkeit beibehält, stellt erhebliche technische Herausforderungen dar.

[0004] U.S. Pat. Nr. 5,053,107 beschreibt eine Keramikpapier ohne organische Komponenten zur Verwendung in Umgebungen mit hohen Temperaturen, das Glasfaser als Bindemittel enthält. Diesem Papier fehlt aber die Flexibilität im Allgemeinen und es wird bei Temperaturen über 649°C (1200°F) sehr brüchig, was es für den Einsatz in Anwendungen mit hohen Temperaturen unbrauchbar macht.

[0005] U.S. Pat. Nr. 5,567,536 legt ein poröses Papier mit anorganischen Keramikfasern mit einem anorganischen Siliziumdioxidfaser-Bindemittelsystem offen, das organische Materialien enthält. Die organischen Materialien, die für die Festigkeit im Formbildungsprozess anwesend sind, werden später nach Herstellung des Papiers und vor der endgültigen Anwendung verbrannt. Dies führt zu einem dünnen Papier von nur etwa 5 Gramm pro 25,4 mm (pro Zoll) Zerreißfestigkeit pro Pfund Grundgewicht. Ein solches dünnes Papier würde wahrscheinlich bei der Handhabung auseinanderreißen oder einreißen, wenn es als Feuerschutzvorrichtung in einem Flugzeugrumpf eingebaut ist.

[0006] U.S. Pat Nr. 4,885,058 legt ein Papier offen, das anorganische Fasern und organische Fasern als Bindemittel enthält. Die Zerreißfestigkeit der offengelegten Materialien ist im Allgemeinen schlecht. Darüber hinaus führt der Anteil der Zellulosefasern dieser Materialien dazu, dass das Papier bei relativ geringen Temperaturen brennt.

[0007] U.S. Pat Nr. 4,746,403 beschreibt ein Papierbogenmaterial zur Verwendung bei hoher Temperatur, das auch wasserfest ist. Der Bogen umfasst eine Glasfasermatte, die in einem Silikatschichtmaterial eingebettet ist. Obwohl „papierartig", ist das Bogenmaterial nicht aus einer faserigen Dispergierung zubereitet, die bei der Papierherstellungstechnologie zum Einsatz kommt. Die offengelegten Materialien sind nicht wasserfest oder wasserdicht, werden aber so beschrieben, dass die Zerreißfestigkeit nicht wesentlich abnimmt, wenn sie Wasser ausgesetzt sind.

[0008] U.S. Pat No. 4,762,643 legt Zusammenstellungen von beflockten Mineralienmaterialien kombiniert mit Fasern und/oder Bindemitteln in einem wasserbeständigen Papierbogen offen. Diese Produkte, die aus gequellten, geflockten Silikatgelmaterialien bestehen, sind bis zu einer Temperatur von etwa 350–400°C stabil, bei höheren Temperaturen beginnt jedoch eine Verschlechterung, und sie sind nicht in der Lage, eine strukturelle Stabilität über 800°C zu halten. Die schlechte Wärmebeständigkeit dieser Materialien macht sie für feuerhemmenden Anwendungen ungeeignet.

[0009] US-A-6,120,643 beschreibt ein Papier, das eine hohe Wassersaugfähigkeit und eine hohe Festigkeit aufweist. Die hochgradig wassersaugfähigen Papiere umfassen Aramidflocken und Glasfaserkomponenten. Bevorzugte Ausführungsformen weisen eine Kombination aus Glasfasern, Aramidflocken und Aramid-"Fibrids" auf.

[0010] Die Duroplast-Aramid-Bindefasern sind wasserlösliche oder dispergierbare Duroplastmaterialien, d. h. die Materialien, wie Aramid, härten, wenn sie erhitzt und ausgehärtet werden.

[0011] Alle oben erwähnten Patentoffenlegungen sind hierin durch Referenz enthalten. Eine Lösung zu den verschiedenen technischen Problemen, die in diesen Offenlegungen beschrieben sind, würde einen Fortschritt im Stand der Technik darstellen.

Übersicht über die Erfindung

[0012] Ein Ziel der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines feuerhemmenden Papiers, das sowohl stark und flexibel als auch in der Lage ist, die Verbreitung von Flammen zu verhindern und das hohe Leistungsmerkmale zum Verhindern des Durchbrennens aufweist. In bevorzugten Ausführungsformen erfüllt das Papier gemäß der Erfindung die Anforderungen der Federal Aviation Administration (FAA) bezüglich des Durchbrennens. Dieser Test wertet die Durchbrennbeständigkeit von Isoliermaterialien aus, wenn sie offenen Flammen mit hoher Intensität ausgesetzt sind. Die Anforderungen der oben erwähnten vorgeschlagenen Regel (Proposed Rule) für die Durchbrennbeständigkeit sind, dass das Material eine Durchdringung eines Feuers bzw. einer Flamme mit einer Temperatur von 982–1092°C (1800–2000°F) von einem Brenner verhindert, der für mindestens 240 Sekunden aus 0,1 m (4 Zoll) Entfernung auf das Material gehalten wird. Darüber hinaus soll das Material nicht mehr als 2,0 Btu/Fuß^2 pro Sekunde auf der kalten Seite des Isolationsmusters an einem Punkt 0,3 m (12 Zoll) von der Oberseite des Testrahmens der Isolierfolie erlauben. Zusätzlich zu den Durchbrennanforderungen muss das Material auch den Flächenstrahltest (Radial Panel Test) in Part VI von Appendix F der Regel erfüllen, der auch durch Referenz enthalten ist. Die vorgeschlagene Regel stellt sicher, dass Materialien, die die Anforderungen erfüllen, nicht zur Ausbreitung eines Feuers beitragen. Papier gemäß der Erfindung kann auch wasserabstoßend gemacht werden. Weiterhin weisen die anorganischen Fasern, die im feuerhemmenden Papier verwendet werden, einen Durchmesser über dem atembaren Bereich auf, was ein Sicherheitsvorteil ist.

[0013] Die obigen Ziele werden durch Papier verwirklicht, das überwiegend aus modifizierten Aluminumoxidsilikatfasern hergestellt wurde. Die Fasern werden durch Säureextraktion modifiziert, so dass ein Teil der Siliziumatome im Siliziumdioxid an die Hydroxylgruppen gebunden wird. Papiere, die aus diesen Fasern mit herkömmlicher Papierherstellungstechnologie hergestellt werden, haben sich als relativ flexibel und stark im Vergleich zu anorganischen Papieren des Stands der Technik erwiesen, während sie gleichzeitig die gewünschten Durchbrenneigenschaften bieten.

[0014] In einem Aspekt der Erfindung liegt ein feuerhemmendes Papier mit einer hohen Zerreißfestigkeit vor, das etwa 60 bis etwa 99,5 Gewichtsprozent säureextrahierte anorganische Fasern enthält, die Siliziumdioxid und Aluminiumoxid enthalten, wobei ein Teil der Siliziumatome im Siliziumdioxid an Hydroxylgruppen und etwa 0,5 bis etwa 40 Gewichtsprozent durch organische Bindefasern gebunden ist. Ein Papier, das z. B. vor allem aus modifizierten Silikatfasern und etwa 1 bis etwa 5 Gewichtsprozent Polyvinylalkoholfasern besteht, wurde getestet und wies eine außergewöhnliche Zerreißfestigkeit im Vergleich zu anorganischen Papiermaterialien auf, die im Stand der Technik bekannt sind.

[0015] Um jedoch gute Durchbrenneigenschaften zu erzielen, ist es bevorzugt, andere Komponenten in das Papier aufzunehmen. Daher umfasst das gemäß der Erfindung angefertigte Papier zwischen etwa 60 bis etwa 99,5 Prozent modifizierte Aluminiumoxidsilikatfasern. Das Papier enthält auch bis zu etwa 40 Gewichtsprozent eines organischen Thermoplastfaserbindemittels mit einem begrenzenden Sauerstoffindex (LOI, Limiting Oxygen Index) über etwa 27 oder höher, wobei die organischen Thermoplastfasern Poly(P-Phenylensulfid) enthalten. Im besonders bevorzugten Ausführungsformen werden weitere organische Bindefasern wie Polyvinylal-

kohol oder Vinylfasern zusätzlich zu den organischen Thermoplastfasern verwendet.

[0016] In besonders bevorzugten Ausführungsformen werden organische Thermoplastfasern mit einem hohen begrenzenden Sauerstoffindex als Bindemittel in Volumen zwischen etwa 0,5 bis etwa 20 Gewichtsprozent des fertigen Papiers verwendet.

[0017] In Ausführungsformen können auch organische Fasern mit einem relativ geringen Schmelzpunkt, wie Poläthylenfasern, auch in das Papier gemäß der Erfindung eingebunden werden. In diesem Kontext bedeutet ein relativ geringer Schmelzpunkt das Schmelzen bei einer Temperatur von etwa 149°C (300°F) oder niedriger.

[0018] Mineralfüllstoffpartikel, die herkömmlicherweise bei der Papierherstellung verwendet werden, können auch vorteilhafterweise in das Papier gemäß der Erfindung eingebunden werden. Besonders bevorzugt sind solche Mineralfüllstoffe mit hoher Temperatur- und Flammenbeständigkeit, wie Titandioxid.

[0019] In einer anderen bevorzugten Ausführungsform wird ein anorganisches präkeramisches Polyesterharz in das Papier gemäß der Erfindung, wie durch Beschichtung, eingebunden.

[0020] Die Wasserbeständigkeit des Papiers wird zweckmäßigerweise mit einer Behandlung wie einer gehärteten Fluorpolymerbeschichtung vorgesehen.

[0021] Weitere Ziele und Vorteile dieser Erfindung werden aus der Betrachtung der Zeichnungen und der nachfolgenden Beschreibung offensichtlich.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

[0022] Fig. 1 ist eine Rasterelektronenmikroskop (REM)-Mikroaufnahme des in Beispiel 2 beschriebenen feuerhemmenden Papiers bei 2700-facher Vergrößerung.

[0023] Fig. 2 ist eine REM-Aufnahme in 1400-facher Vergrößerung eines Faserbereichs gemäß der Erfindung nach einem Durchbrenntest.

[0024] Fig. 3 ist eine REM-Mikroaufnahme bei 1400-facher Vergrößerung eines Faserbereichs gemäß der Erfindung nach einem Durchbrenntest, der die teilweise geschmolzenen PPS-Fasern, die verschmolzen sind, zeigt.

[0025] Fig. 4 ist eine REM-Mikroaufnahme in 2500-facher Vergrößerung eines weißen heißverbrannten Faserbereichs gemäß der Erfindung nach einen Durchbrenntest.

[0026] Fig. 5 ist eine REM-Mikroaufnahme in 630-facher Vergrößerung eines weißen heißverbrannten Faserbereichs gemäß der Erfindung nach einen Durchbrenntest.

[0027] Fig. 6 ist eine REM-Mikroaufnahme eines Teils der Faser, die in Fig. 5 in 2500-facher Vergrößerung dargestellt ist.

[0028] Fig. 7 ist eine REM-Mikroaufnahme in 750-facher Vergrößerung eines weißen heißverbrannten Faserbereichs gemäß der Erfindung nach einen Durchbrenntest.

[0029] Fig. 8 ist eine REM-Mikroaufnahme in 1500-facher Vergrößerung eines Übergangsbereichs von einer Faser gemäß der Erfindung nach einem Durchbrenntest.

[0030] Fig. 9 ist eine REM-Mikroaufnahme in 1400-facher Vergrößerung einer Faser gemäß der Erfindung nach einem FAA-Durchbrenntest.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

[0031] Bezugnehmend auf die Komponenten des Papiers, bedeutet „Gewichtsprozent" den Gewichtsprozentsatz der Komponente bezüglich aller Komponenten im fertigen Papier, sofern nicht anders angegeben.

[0032] Bezugnehmend auf die Zusammensetzung der modifizierten Aluminumoxidsilikatfasern bedeutet „Gewichtsprozent" das Gewicht einer jeden Komponente bezüglich der Gesamtheit der modifizierten Aluminumo-

xidsilikatfasern.

[0033] „Grundgewicht" bezieht sich auf 436 g (engl. Pfund) Grundgewicht pro 279 m^2 (3000 Quadratfuß), sofern nicht anders angegeben.

[0034] Die Begriffe Silikat, Siliziumdioxid und SiO_2 werden in diesem Dokument austauschbar verwendet, sofern nicht anders angegeben. Zu diesen Begriffen gehört Siliziumdioxid, das modifiziert wurde, um einen Teil von mit Hydroxylgruppen verbundenen Siliziumatomen zu enthalten. Damit enthält das Gewicht von Siliziumdioxid das Gewicht der Siliziumatome und der angebundenen Hydroxylgruppen.

[0035] Die Begriffe Aluminium, Aluminiumoxid und Al_2O_3 werden in diesem Dokument austauschbar verwendet, sofern nicht anders angegeben. Diese Begriffe enthalten kleinere Mengen anderer Aluminiumoxide, wie Al_3O_6 und andere Aluminiumoxidhydrate, die vorhanden sein können.

[0036] Das feuerhemmende Papier der vorliegenden Erfindung umfasst etwa 60 bis etwa 99 Gewichtsprozent eines modifizierten Aluminiumoxidsilikat-Hochleistungsstapelfaservorgarns oder Silber. Im Allgemeinen ist zwischen etwa 85 und etwa 99 Gewichtsprozent, vorzugsweise zwischen 90 und 98 Gewichtsprozent der modifizierten Aluminumoxidsilikatfasern Siliziumdioxid. Ein geringerer Teil, im Allgemeinen zwischen etwa 1 bis etwa 5 Gewichtsprozent der modifizierten Aluminumoxidsilikatfasern ist Aluminiumoxid.

[0037] Optional enthalten die modifizierten Aluminumoxidsilikatfasern bis zu 10 Gewichtsprozent alkalische Oxide. Bevorzugter enthalten die modifizierten Aluminumoxidsilikatfasern weniger als 1 Gewichtsprozent Na_2O oder K_2O oder eine Kombination daraus. In einer beispielhaften bevorzugten Ausführungsform enthalten die Fasern etwa 95,2 Gewichtsprozent Silikat, 4,5 Gewichtsprozent Aluminiumoxid und 0,2 Gewichtsprozent alkalische Oxide. Erdalkalioxide und Metalloxide können in den Fasern als Unreinheiten enthalten sein, zusammen in einer Menge von im Allgemeinen weniger als 1 Gewichtsprozent.

[0038] Die Fasern weisen vorzugsweise einen Durchmesser von etwa 6 bis etwa 15 µm, bevorzugter zwischen etwa 7 bis etwa 10 µm auf. Die Fasern weisen eine Länge zwischen etwa 2 mm und 76 mm, vorzugsweise etwa 12 mm auf. Der mittlere Faserdurchmesser in einer beispielhaften bevorzugten Ausführungsform beträgt 9,2 µm mit einer Standardabweichung von 0,4 µm und einer Länge gleich etwa 12 µm. Durch den relativ großen Faserdurchmesser werden die bevorzugten Fasern gemäß der Erfindung im Allgemeinen keine Fragmente im atembaren Bereich von (unter etwa 3 bis 4 µm) bilden. In der Folge weisen diese Fasern keine Gesundheitsrisiken auf, die mit typischen Glasfasern mit Faserdurchmesserverteilungen verbunden sind, die sich in den atembaren Bereich hinein erstrecken.

[0039] „Modifiziert" bedeutet, dass die Fasern säureextrahiert sind, um die Glaseigenschaften der nativen Fasern zu überwinden und so, dass ein Teil der Siliziumatome daran angebundene Hydroxylgruppen aufweisen. In bevorzugten Ausführungsformen sind etwa 40 Prozent der Siliziumatome an Hydroxylgruppen gebunden. Es können jedoch größere oder geringere Mengen praktisch sein, um ein weiches, vliesartiges Gefühl für die Fasern zu erreichen. Die Modifikation erfolgt vorzugsweise durch Säureextraktion, wie in WO 98/5163 beschrieben. Beim Durchführen der Modifikation wird eine spezielle Anfangsfaser verwendet, die durch ein Wickeltrommelverfahren während des Faserspinnens gefertigt wird, und Komponenten, die nicht zur Flammen- und Hitzebeständigkeit der Faser beitragen, werden durch die Säureextraktion entfernt. Modifizierte Aluminumoxidsilikatfasern, die für die Verwendung mit der Erfindung geeignet sind, sind unter dem Markennamen belCoTex® von belChem Fiber Materials GmbH Deutschland erhältlich.

[0040] Diese Fasern weisen Eigenschaften auf, die im Vergleich zu anderen anorganischen Fasern einzigartig sind, da sie eine hohe Temperatur- und chemische Beständigkeit bieten, einschließlich einer langfristigen Temperaturbeständigkeit von 1000°C, und gleichzeitig Eigenschaften von organischen Materialien besitzen, die ähnlich denen von Baumwolle oder natürlichen Fasern sind. Sie sind vliesartig, weich und angenehm zu berühren, weisen eine voluminöse Gestaltung und hervorragende Isoliereigenschaften auf und werden einfach auf normaler textiler Ausstattung verarbeitet.

[0041] Glassfasern diskreter Längen, die aus dem Abschneiden fortlaufender Fasern erhalten werden, obwohl im Allgemeinen als „Stapelfasern" bezeichnet, sind klar von den belCoTex®-Stapelfaser-Vorbändern verschieden. Die einzigartige Kombination von Eigenschaften, die belCoTex® aufeist, ist ein Ergebnis des verwendeten Rohfasermaterials und der angewandten chemischen Behandlung. Die charakteristische kristalline oder glasartige Natur des nativen Silikatfaser-Vorgarns wird durch die Anwendung der Säureextraktion überwunden, um diejenigen Komponenten zu extrahieren, die nicht zu der hohen Temperaturbeständigkeit beitragen.

Zusätzlich zur Unterstützung der hohen Temperaturbeständigkeit erzeugt der Extraktionsprozess auch das vliesartige, weiche baumwollähnliche Gefühl und Verhalten der veredelten Faser.

[0042] Die in Verbindung mit der vorliegenden Erfindung verwendeten Fasern sind im Unterschied zu herkömmlichen Silikatfasern nicht reines SiO_2, sondern enthalten Aluminiumoxid (Al_2O_3) als Zusatzkomponente. Weiterhin sind etwa 40% der Si-Atome an den abschließenden OH-(Hydroxyl-)Gruppen angebunden, während etwa 60% das dreidimensionale SiO_2-Netz bilden. Die OH-Gruppen tragen zur baumwollartigen Weichheit und Verhalten, dem geringen spezifischen Gewicht und dem Eigenschaftsprofil der Faser im Allgemeinen bei. Es wird in der Theorie überlegt, dass die OH-Gruppen im Silikatnetz von belCoTex® zu einem gewissen Anziehungsgrad und möglicherweise zu einer Wasserstoffbindung ähnlich der in Zellulosepapieren führen, die eventuell zu der ungewöhnlich hohen Festigkeit des Papiers beitragen.

[0043] Das feuerhemmende Papier gemäß der Erfindung umfasst auch organische Thermoplastfasern von etwa 0,5 bis etwa 40 Gewichtsprozent mit einem begrenzenden Sauerstoffindex von mehr als etwa 27. Das Erhitzen dieser Thermoplastfasern über deren Schmelztemperaturen führt dazu, dass sie weich werden und schmelzen, und in der Folge die anorganischen Fasern zusammenbinden, wenn das Papier einmal abgekühlt ist. In bevorzugten Ausführungsformen wird die organische Thermoplastfaser in einem Volumen von etwa 0,5 Gewichtsprozent bis etwa 20 Gewichtsprozent eingebunden. Bei für hohe Temperaturen flammenbeständigen Fasern wie Poly(P-Phenylensulfid) (PPS) hat das verwendete PPS einen begrenzenden Sauerstoffindex von 34%, was bedeutet, dass die Stickstoff/Sauerstoff-Mischung in der Luft mindestens 34% Sauerstoff für PPS aufweisen muss, damit es sich entzündet und brennt, wenn es einer Flamme ausgesetzt wird. Hierdurch wird PPS zu einer geeigneten und bevorzugten hitze- und flammenbeständigen organischen Faser, da sie nicht an der Luft verbrennt, wenn sie einer Flamme ausgesetzt wird.

[0044] Ohne nun sehr zu stark der Theorie verhaftet zu sein, ist es dieser Aspekt des primären Bindemechanismus, der für die ungewöhnliche Beständigkeit des feuerhemmenden Papiers gegenüber Flammen mit hohen Temperaturen und der damit einhergehenden Integrität bei langem Ausgesetztsein von hohen Temperaturen verantwortlich ist. Die in Fig. 5, Fig. 6, Fig. 7 und Fig. 8 dargestellten REM-Mikroaufnahmen zeigen feine Fasernetze, die die benachbarten Fasern überbrücken, die für das restliche PPS-Bindematerial gehalten werden, das nach dem Verbrennungstest die Struktur beibehält. Dieses Restmaterial erscheint als faserartiges Netz oder eine Skelettstruktur, die dazu dient, die benachbarten Fasern in die Vliesstruktur einzubinden. Es ist ebenso wahrscheinlich, dass der hohe begrenzende Sauerstoffindex des organischen Thermoplastmaterials dazu führt, dass sie in der Matrix bleiben, selbst nach dem Ausgesetztsein von Flammen mit hohen Temperaturen für Zeitspannen, von denen man erwarten würde, dass sie andere organische Faserbindematerialien vollkommen entfernen würden. Somit geht man davon aus, dass die Kombination der „weichen" modifizierten Silikatfasern mit organischen Thermoplastfasern mit dem hohen begrenzenden Sauerstoffindex ein feuerhemmendes Papier mit einzigartigen Eigenschaften ergibt.

[0045] In besonders bevorzugten Ausführungsformen ist PPS in Mengen von bis zu 20 Gewichtsprozent vorhanden, PPS-Faser ist im Handel als Torcon® von Toray mit Sitz in New York oder als PROCON® von Toyobo mit Sitz in Japan erhältlich. Zu den anderen Thermoplastfasern mit hoher Temperatur- und Flammenbeständigkeit mit begrenzenden Sauerstoffindizes von ungefähr 27 und höher, bevorzugter 30, die auch als Thermoplastfasern mit hoch begrenzendem Sauerstoffindex geeignet sein können, gehören ohne Einschränkung: aromatische Polyketone, aromatische Polyetheretherketone (PEEK), Polyimide, Polyamidimide (PAI), Polyetherimide (PEI) und feuerbeständige Polyester und Gemische daraus.

[0046] Das feuerhemmende Papier kann bis zu 20 Gewichtsprozent zusätzliche organische Faserbindemittel enthalten. Die Funktion dieser Bindefaser ist die Ausbildung von Festigkeit für den Papierbogen während des Formbildungsprozesses auf der Papiermaschine, auf den Geräten während der nachfolgenden Verarbeitungsschritte wie der Anwendung einer Behandlung zum Erzielen der Wasserabstoßung oder während des Schlitzens, und bei der Anbringung des fertigen Papiers in der endgültigen Anwendung, zum Beispiel im Rumpf eines Flugzeugs. Zu den bevorzugte Ausführungsformen gehören etwa 0,5–10% wasserlösliche Polyvinylalkohol-(PVOH-)Kurzstapelfaser als Bindefaser. Die PVOH-Fasern sind zumindest teilweise wasserlöslich bei erhöhten Temperaturen, wie sie in der Regel im Trocknungsbereich der Papiermaschine vorherrschen. Bevorzugtere Ausführungsformen enthalten 1–5% PVOH-Faser und die bevorzugtesten Ausführungsformen enthalten 3–4% PVOH-Faser. In der Regel wird die PVOH-Faser in Langen von etwa 0,0063 m (1/4 Zoll) geschnitten. Bevorzugte wasserlösliche Polyvinylalkohol-Fasern sind im Handel unter dem Markennamen Kuralon K-II® der Kuraray America, Inc. mit Sitz in New York erhältlich.

[0047] Organische oder anorganische Nicht-Thermoplastfasern mit einer Flammenbeständigkeit für hohe

Temperaturen können auch als Teil des Bindesystems verwendet werden. Diese Fasern verleihen dem Papierbogen eine gewisse Festigkeit, indem sie sich mechanisch mit den anderen Fasern verschränken, wenn sie im Papierbogen während des Herstellungsprozesses dispergiert werden. Langen über 5 mm sind bevorzugt. Zu den geeigneten Nicht-Thermoplastfasern gehören Meta- und Para-Aramid, Polybenzimidazol (PBI), Novoloid und Wolle. Zu den geeigneten anorganischen Bindefasern gehören feine Glasfasern, die zum Festigen des Bogens und als Verarbeitungshilfe dienen. Solche Materialien werden vorzugsweise in einem Volumen von 1 bis 5 Gewichtsprozent hinzugegeben.

[0048] Alternativ können Harze oder Emulsionen aus Acryl, Latex, Melamin oder Kombinationen davon anstelle von Thermoplastfasern als Binder verwendet werden. Zum Beispiel können diese Acrylonitril, Styrol-Butadien (PBI), Polyvinylchlorid (PVC) und Ethylenvinylchlorid (EVC) enthalten.

[0049] In einer anderen Ausführungsform kann das feuerhemmende Papier auch Mineralfüllstoffpartikel enthalten, wie sie typischerweise bei der Papierherstellung verwendet werden; zum Beispiel Kaolin oder Bentonitlehm, Calciumcarbonat, Talkum (Magnesiumsilikat), Titandioxid, Aluminiumtrihydrat und Ähnliche. Titandioxid, entweder in der Anatase- oder Rutilform, ist bevorzugt, da es nicht unter einer Temperatur von etwa 1800°C zu schmelzen beginnt. Das Papier kann 0–30% oder mehr Mineralfüllstoff enthalten, der dazu dient, die Leerstellen in der Papierstruktur und auf der Oberfläche des Bogens zu füllen.

[0050] Je nach Partikelgröße des/der verwendeten Füllstoffe(s) wird die Zurückbehaltung der Füllstoffpartikel im Bogen durch eine Kombination von Filterungs- (mechanisches Abfangen) und Adsorptionsmechanismen bestimmt. Eine Reihe von Chemikalien, die die Zurückbehaltung unterstützen, sind von Unternehmen wie ONDEO Nalco Company mit Sitz in Naperville, IL erhältlich, um die Flockung der kleinen Füllstoffpartikel an den Fasern zu unterstützen. Sie werden durch Fachleute im Bereich Papierherstellung entsprechend ausgewählt.

[0051] Das feuerhemmende Papier dieser Erfindung kann mit typischen Papierherstellungsprozessen hergestellt werden, die Fachleuten im Bereich Papierherstellung bekannt sind. Hierzu gehört das Dispergieren der anorganischen und organischen Fasern in einem Dispergiermittel, in der Regel Wasser, und das Auflösen des Faserbreis oder der „Papiermasse" auf die gewünschte Konsistenz.

[0052] Sekundäre Additive können diejenigen umfassen, die in der alkalischen Papierherstellung zum Zurückbehalten der Mineralfüllstoffe verwendet werden, sind aber nicht darauf begrenzt: Nassstärke, Polymere verschiedener Molekulargewichte, die die Kationen und/oder Anionenbindung unterstützen, Entschäumer, Entwässerungsmittel, Additive zu PH-Steuerung und Pigmente und/oder Farben zur Farbsteuerung.

[0053] Wenn verwendet, kann ein dünnflüssiger Brei aus Mineralfüllstoffen an beliebigen verschiedenen Punkten im typischen „Stoffauflauf-Ansatz"-Leitungssystem der Papiermasse zugeführt werden. Das Stoffauflauf-Ansatzsystem erlaubt, dass die Papiermasse gemessen, auf die gewünschte Konsistenz verdünnt, mit den gewünschten Additiven gemischt und gereinigt wird, bevor sie auf dem Formbildungsabschnitt der Papiermaschine ausgegeben wird. Wasser wird dem Faserstoffbrei der Papierherstellung im Formbildungsabschnitt über einen Ablauf und eine Absaugung mit Hilfe der Schwerkraft entzogen, was zur Bildung eines Faservlieses führt. Weiteres Wasser kann aus dem Vlies durch Nasspressen entfernt werden, gefolgt von einer Trocknung, die in der Regel dadurch erzielt wird, dass das Vlies mit dampferhitzten Trockenzylindern in Kontakt gebracht wird. Andere Trockenverfahren können verwendet werden, wie die Luftpralltrocknung, Luftdurchtrocknung und elektrische Infrarottrockner.

[0054] Das feuerhemmende Papier kann mit einem Mittel zum Erlangen der Wasserabstoßfähigkeit behandelt werden. Bevorzugte Behandlungen umfassen eine Fluorpolymeremulsion wie Zonyl® RN, das von Du Pont mit Sitz in Wilmington, DE, erhältlich ist, aber es können verschiedene andere Mittel, wie zum Beispiel eine Silikonbeschichtung verwendet werden. Die Anwendung der Behandlung kann angeschlossen im Papierherstellungsprozess erzielt werden, wenn eine Beschichtungsstation verfügbar ist, oder in einem nachfolgenden Schritt, in dem das Faserstoffvlies in der Fluorpolymer-Lösung gesättigt und dann getrocknet wird.

[0055] Zusätzliche Beständigkeit gegenüber hohen Temperaturen und Bindefestigkeit können durch die Aufnahme von prä-keramischem Harz in das Papier vorgesehen werden. Geeignete Harze sind die Harze DI-100 oder DI-200, die von Textron Systems mit Sitz in Wilmington, MA, hergestellt werden. Diese Harze sind anorganische, silikonbasierte Polymere mit einzigartigen Eigenschaften bei hohen Temperaturen. Die DI-Harze sind thermisch stabil bis zu Temperaturen über 538°C (1000°F), werden aber bei etwa 1000°C keramisch. Bei Feuer in einem Flugzeug übersteigen die Temperaturen wahrscheinlich die, die erforderlich sind, um das PVOH oder andere organische Bindefasern auszubrennen. Das anorganische Polymerharz würde aber in Ver-

wendung gehärtet werden (in einen vollständigen Keramikstoff umgewandelt), und würde so für das feuerhemmende Papier zusätzliche Festigkeit bei den tatsächlichen vorliegenden Temperaturen bieten.

[0056] Die Verwendung anorganischer Polymerharze ist nicht auf die DI-Harze beschränkt. Zu den anderen geeigneten prä-keramischen Harzen gehören ohne Einschränkung Polyureasilazanharz (Ceraset SN-L von Hercules Co.), Polycarbosilane, Polysilazane, Polysiloxane, Silizium-Carboxylharze (Blackglas von Allied Signal/Honeywell oder Ceraset von Lanxide Corp., Du Pont/Lanxide) und Aluminiumsilikatharze (wie CO2 von Applied Polymerics). Diese Harze können in der Regel auf das Papier aufgetragen werden, wenn es einmal mit dem Papierherstellungsgerät hergestellt ist, wie einer Leimpressenstreichmaschine, einer Stabstreichmaschine oder mit Hilfe von Geräten zum Polstern von Textilien oder durch Sprayen.

[0057] Das Grundgewicht des Papiers kann zwischen etwa 8,14 bis etwa 407 g/m^2 (etwa 5 bis etwa 250 Pfund/3000 Fuß^2) liegen und die Dicke kann zwischen etwa 0,0127 mm bis etwa 0,35 mm (etwa 0,5 mil bis etwa 250 mils) liegen, obwohl diese Abmessungen nicht entscheidend sind. Obwohl ein Papier mit einem leichten Gewicht von 2,18 kg (5 Pfund) pro Ries die FAR-Anforderungen bezüglich des Durchbrennens nicht erfüllen mag, kann es vorteilhaft sein, mehrere Schichten eines sehr dünnen, leichten Papiers zu verwenden. Der Luftzwischenraum zwischen solchen Schichten kann die Isolierfähigkeit des Papiers weiter verbessern und sich zum Beispiel im Wärmeflussbereich des Durchbrenntests als bevorzugt erweisen. Die Zerreißfestigkeit des Papiers liegt im Allgemeinen über 30 g/25,4 mm (etwa 30 g/Zoll) pro Pfund Grundgewicht in der Maschinenrichtung. In bevorzugten Ausführungsformen ist die Zerreißfestigkeit größer als 40 g/25,4 mm (etwa 40 g/Zoll) pro 436 g (Pfund) Grundgewicht in der Maschinenrichtung. In bevorzugtesten Ausführungsformen ist die Zerreißfestigkeit größer als 50 g/25,4 mm (etwa 50 g/Zoll) pro 436 g (Pfund) Grundgewicht in der Maschinenrichtung.

[0058] Die folgenden Beispiele veranschaulichen die Herstellung eines feuerhemmenden Papiers gemäß der Erfindung. Die Beispiele sollen die Erfindung nicht einschränken, die durch die angehängten Ansprüche definiert ist.

1. Beispiel

[0059] Das Grundgewicht des in diesem Beispiel hergestellten feuerhemmenden Papiers wurde auf ungefähr 70 g/m^2 oder 43 Pfund/3000 Fuß^2 und die Dicke auf 0,8 mm oder 31,5 mils ausgelegt. Es wurde auf einer Pilot-Langsiebpapiermaschine mit einer Breite von etwa 711,2 mm (28 Zoll) hergestellt. Das Papier bestand aus 99 Gewichtsprozent belCoTex® und 1 Gewichtsprozent Polyvinylalkohol (PVOH)-Binderfaser. Mit einem Spraysystem wurde eine aus Zonyl® RN bestehende Fluorpolymeremulsion auf das trockene Papier aufgetragen und nachfolgend in einem Ofen bei 177–232°C (350–450°F) für etwa 3 bis 6 Minuten oder bis zum Trockensein gehärtet. Vorherige Versuche beim Auftragen der Behandlung zum Erzielen der Wasserabstoßung in der Papiermasse der Nasspapierherstellung führten zu einem weichen Papier, dem die Zerreißfestigkeit fehlt. Das Aufsprühen der Behandlung auf die Papieroberfläche ermöglicht die Beibehaltung der Festigkeit, während hydrophobe Eigenschaften erzielt wurden.

2. Beispiel

[0060] Dieses Beispiel wurde auf dieselbe Weise hergestellt wie Beispiel 1, mit der Ausnahme, dass das Papier aus 97 Gewichtsprozent belCoTex® und 3 Gewichtsprozent PVOH-Bindefaser bestand.

3. Beispiel

[0061] Das feuerhemmende Papier dieses Beispiels wurde auf dieselbe Weise wie das 1. Beispiel hergestellt, mit der Ausnahme, dass es aus 80 Gewichtsprozent belCoTex®-Faser, 19 Gewichtsprozent Ryton® Poly(P-Phenylensulfid) (PPS)-Fasern und 1 Gewichtsprozent PVOH-Fasern bestand. Das behandelte Papier wurde etwa 6 Minuten auf 288–315°C (550° bis 600°F) erhitzt, um die Thermoplast-PPS-Fasern vollständig zu schmelzen und die Fluorpolymer-Behandlung zu härten. Nach dem Erhitzen ist die PPS-Faser vollständig in den Zwischenräumen des Bogen geschmolzen und bindet die benachbarten Fasern.

[0062] Tabelle 1 fasst die physikalischen Testergebnisse der vorhergehenden Beispiele zusammen. „Start" und „Ende" geben an, dass die getestete Probe von dem Beginn oder dem Ende der Herstellungsmenge des Beispiels stammt, und „Vorne" und „Hinten" geben die Position des Musters in Querrichtung der Maschine an (Vorder- oder Rückseite der Papiermaschine). „MR" und „QR" beziehen sich jeweils auf die Maschinenrichtung und Querrichtung der Maschine. Sofern nicht ausdrücklich das Gegenteil angegeben ist, bezieht sich die ver-

gleichende Zerreißfestigkeit auf die vergleichende Zerreißfestigkeit in der Maschinenrichtung.

[0063] Tabelle 1: Physikalische Eigenschaften des feuerhemmenden Papiers

		Grundgewicht		Dicke		Zerreiß-festig-keit MR		Zerreiß-festig-keit QR		Durchläss igkeit (Frazier)		Gewicht sverlust bei Ent-zündung	
		g/m^2 (Pfund/3000 Fuß^2)		mm (mils) 4 psf		g/2,5 cm (g/Zoll)		g/2,5 cm (g/Zoll)		m^3/min. (Fuß^3/min.)		%	
		Vorne	Hinten	V	H	V	H	V	H	V	H	V	H
1. Bsp	Start	64,7 (39,7)	64,9 (39,8)	0,84 (33)	0,84 (33)	2416	2515	(803)	976	8,9 (316)	9,0 (317)	13,8	14,2
	Ende	74,3 (45,6)	74,2 (45,5)	0,91 (36)	0,91 (36)	2860	2353	1179	1161	8,3 (294,6)	8,1 (287,8)	11,4	11,2
2. Bsp.	Start	66,2 (40,6)	66,0 (40,5)	0,79 (31)	0,79 (31)	5978	4856	2370	2120	7,9 (280,5)	7,9 (280,5)	12,9	13,5
	Ende	65,4 (40,1)	66,6 (40,5)	0,79 (31)	0,79 (31)	5423	4862	2293	2354	8,1 (2863)	8,1 (284,8)	13,5	13,4
3. Bsp.	Start	69,9 (42,9)	70,1 (43,0)	0,91 (36)	0,86 (34)	1854	1878	843	781	8,1 (284,8)	8,1 (286,3)	28,0	27,7
	Ende	68,5 (42,0)	68,1 (41,8)	0,86 (34)	0,86 (34)	2007	2036	800	740	8,1 (284,8)	8,1 (287,8)	30,2	29,5
3. Bsp. **						1944	3187	791	999	8,1 (285)	8,1 (285)		

* Test: Gewichtsverlust bei Entzündung; Erhitzen der Probe auf 537,8 °C (1000°F)
** Zerreißfestigkeit nach Erhitzen auf 325°C für 1 min.

[0064] Die Zerreißfestigkeitseigenschaften der Papiere der Beispiele 1 bis 3 werden in Tabelle 2 als Funktion des Grundgewichts dargestellt;

Tabelle 2: Zerreißfestigkeitseigenschaften der Beispiele 1 bis 3

Vorliegende Erfindung		1. Beispiel	2. Beispiel	3. Beispiel
Zerreißfestigkeit	g/2,5 cm (g/Zoll)	2466	5417	1866
Grundgewicht	g/m^2 (Pfund/3000 Fuß^2)	64,7 (39,7)	66,2 (40,6)	68,2 (42,0)
Zerreißfestigkeit g/2,5 cm g/Zoll) pro 436 g (Pfund) Grundgewicht		62,1	133	44,4

[0065] Ein Vergleich dieser Materialien mit Materialien des Stands der Technik wird in Tabelle 3 gegeben.

Tabelle 3: Zerreißfestigkeitseigenschaften, Stand der Technik

Stand der Technik		U.S. Pat. Nr. 4,885,058	U.S. Pat. Nr. 4,885,058	U.S. Pat. Nr. 4,885,058	U.S. Pat. Nr. 5,567,536	U.S. Pat. Nr. 5,567,536
Zerreißfestigke it	g/2,5 cm (g/Zoll)	1612	1086	998	1000	1226
Grundgewicht	g/m^2 (Pfund/3000 Fuß^2)	61,9 (38,0)	(38,1)	62,1 (38,6)	326 (200)	223,3 (137)
Zerreißfestigkeit g/2,5 cm (g/Zoll) pro 436 g (Pfund) Grundgewicht		42,4	28,5	25,9	5,0	8,9

[0066] Somit kann ein festes Papier mit Hilfe von PVOH-Fasern in Kombination mit modifizierten Aluminiumsilikatfasern hergestellt werden. Es wurde weiter entdeckt, dass die Einbindung organischer Thermoplastfasern zu einem feuerhemmenden Papier mit einem viel besseren Feuerschutz führt.

[0067] Wenn eine Probe des Stoffes von Beispiel 3 einer Bunsenbrennerflamme ausgesetzt wurde und das Ergebnis unter einem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht wurde, waren drei verschiedene Bereiche in der verbrannten Faser erkennbar: ein weißer heißer Bereich am nächsten zum Punkt der Flammenanwendung, ein nicht verbrannter Bereich, der am weitesten vom Punkt der Flammenanwendung entfernt ist und ein Übergangsbereich zwischen dem weißen heißen und dem unverbrannten Bereich. Ein Vergleich einer Probe, die einem Durchbrenntest mit einem Bunsenbrenner unterzogen wurde, mit einer Probe, die einem strengeren FAA-Test unterzogen wurde, gestattete die Bewertung der Rolle der organischen Thermoplastfaser (PPS in diesem bevorzugtem Beispiel).

[0068] In einem unverbrannten Bereich, der am weitesten vom Anwendungspunkt der Flamme entfernt ist, kann beobachtet werden, wie die geschmolzenen PPS-Fasern die anorganischen Fasern binden. In **Fig. 2** sind die größeren Fasern anorganische Fasern (mit einem Durchmesser in der Größenordnung von 9 µm), die kleineren Fasern sind PVOH. Das diffuse, geschmolzene Material wird als PPS erachtet, unterstützt durch die Tatsache, dass das geschmolzene Material nicht in dem Bereich zu finden ist, der höheren Temperaturen ausgesetzt war. In **Fig. 3** sind knotenartige Formationen, bei denen man davon ausgeht, dass es sich um PPS handelt, dargestellt, die andere Fasern im Papier binden. In **Fig. 4** bis **Fig. 7** sind in dem Bereich, der stärken Temperaturen ausgesetzt wurde, die skelettartigen Reste der PPS-Faser zu beobachten, die ein Netz bilden. In den Proben von **Fig. 8**, die einem FAA-Brenntest unterzogen wurden, kann das Vorhandensein von geringeren aber immer noch signifikanten Mengen dieses Netzes ebenso beobachtet werden. Das Vorhandensein dieses Thermoplastmaterials nach einem Durchbrenntest ist für sich genommen überraschend, wobei die Bildung eines strukturoptimierenden Netzes, wie in der Fig. dargestellt, noch überraschender ist.

[0069] Das im 3. Beispiel beschriebene Material zeigt ausgezeichnete Ergebnisse beim Testen sowohl unter langfristigen heißen und nassen Bedingungen und bei der Durchbrennbeständigkeit gegenüber Flammen in hohen Temperaturen. Tabelle 4 zeigt die Testergebnisse der heißen und nassen Bedingungen, die das Material von Beispiel 3 mit einem geringerem Prozentsatz an Bruchfestigkeitsverlust unter heißen und nassen Bedingungen beschreibt. Das Material wurde auf den Restfestigkeitsverlust getestet, nachdem es Temperaturen von 70°C und 95% relativer Luftfeuchtigkeit für Zyklen mit 500 und 1000 Stunden ausgesetzt wurde. Tabelle 5 be-

schreibt die Ergebnisse von zwei Testlaboren, wobei die Materialien, die im Wesentlichen gemäß dem 2. Beispiel und dem 3, Beispiel hergestellt wurden, auf ihre Durchbrennbeständigkeit geprüft wurden. Die im 3. Beispiel beschriebenen Materialien bestanden den Test der Durchbrennbeständigkeit gemäß den FAA-Anforderungen.

Tabelle 4: Behaltene Zerreißfestigkeit – unter heißen und nassen Bedingungen

Eigenschaften	Testverfahren	Einheit	Testtemp.	Ergebnisse		
				1. Beispiel	2.Beispiel	3. Beispiel
Eigenschaften nach Behandlungbei 70 °C/95% rel. Luftf./500 Stunden						
Prozentuale Veränderung der Bruchfestigkeit MR	ASTM C800	%	RT	–68,1%	–74,9%	–62,5%
Prozentuale Veränderung der Bruchfestigkeit QMR		%		–84,8%	–72,7%	–60,1%
Wasserabsorption (Abstoßung)	AIMS 04-10-00	g		27,0 g	25,1 g	10,7 g
Prozentuale Massenveränderung	AIMS 04-10-00	%		–3,4%	–3,0%	–1,8%
Eigenschaften nach Behandlung bei 70°C/95% rel. Luftf./100 Stunden						
Prozentuale Veränderung der Bruchfestigkeit MR	ASTM C800	%	RT	–87,7%	–73,8%	–66,2%
Prozentuale Veränderung der Bruchfestigkeit QMR		%		–76,4%	–62,7%	–59,6%
Wasserabsorption (Abstoßung)	AIMS 04-10-00	g		9,7 g	21,0 g	11,2 g
Prozentuale Massenveränderung	AIMS 04-10-00	%		Probe verschmutzt	–1,8%	–1,0%

Quelle: EADS AIRBUS GmbH

Tabelle 5: Ergebnisse der Durchbrenntests

Probe	Testverfahren	Testlabor	Testdauer Min. (4 Min.)	Bestanden/Nicht bestanden
2. Beispiel	FAR 25.853, Part 25, Part VII von Appendix F	International Aero, Inc. Burlington, WA	122 Sek.	NICHT BESTANDEN
3. Beispiel	FAR 25.853, Teil 25, Part VII von Appendix F	Daimler Chrysler Aerospace Airbus GmbH, Bremen, Deutschland	> 6 Min.	BESTANDEN

4. Beispiel

[0070] Ein feuerhemmendes Papier, das auf einer Langsiebpapiermaschine hergestellt werden kann, besteht aus den folgenden grundlegenden Komponenten in ungefähren Gewichtsprozentsätzen: 83 Gewichtsprozent belCoTex®-Faser, 5 Gewichtsprozent Kuralon K-II Polyvinylalkoholfaser und 12 Gewichtsprozent gefälltes Calciumcarbonat (PCC).

[0071] Fachleute im Bereich Papierherstellung können das entsprechende Zurückbehaltungssystem auswählen, um so viel des PCCs im Bogen zurückzubehalten, wie praktisch ist, und somit wenig an das Siebwasser der Papiermaschine zu verlieren. Dies wird im Allgemeinen durch Messen des kationischen und/oder anionischen Ladungsbedarfs der Hauptkomponenten durch Titration erreicht, und dann durch Auswahl des entsprechenden Polymers bzw. der entsprechenden Polymere und/oder Additive, die die Zurückbehaltung unterstützen, die in der Lage sind, das Zetapotenzial des Systems auszugleichen.

[0072] Zum Beispiel hat ein System mit anionischen Fasern und einem anionischen Füllstoff einen kationischen Bedarf, daher wird ein Polymer zum Zurückhalten der Kationen ausgewählt, um das Gesamtzetapotenzial oder die Ladung nahe Null zu bringen. Füllstoffe werden am besten bei Zetapotenzialen nahe Null gehalten, wo es möglich ist, Faser- und Füllstoffflocken zu erzeugen, die nicht unerwünscht groß sind. Geräte wie der Mutek Particle Charge Detector können für die Titration und zur Berechnung der Ladungsbedarfs verwendet werden.

5. Beispiel

[0073] Ein feuerhemmendes Papier, das auf einer Langsiebpapiermaschine in der Weise des 4. Beispiels hergestellt werden kann, besteht aus den folgenden grundlegenden Komponenten in ungefähren Gewichtsprozentsätzen: 86 Gewichtsprozent belCoTex®-Faser, 4 Gewichtsprozent Kuralon K-II Polyvinylalkoholfaser und 10 Gewichtsprozent Anatase TiO_2.

6. Beispiel

[0074] Die Zusammensetzung eines Papiers, das in normalen Papierherstellungsprozessen gewonnen wurde, lautet wie folgt: 89 Gewichtsprozent belCoTex®-Faser, 8 Gewichtsprozent anorganisches präkeramisches Polymerharz und 3 Gewichtsprozent PVOH-Bindefaser.

Patentansprüche

1. Feuerhemmendes Papier, umfassend:
etwa 60 bis etwa 99,5 Gewichtsprozent anorganische Fasern mit Siliziumdioxid als Hauptkomponente und Aluminiumoxid als geringere Komponente, wobei ein Teil der Siliziumatome im Siliziumdioxid an Hydroxylgruppen gebunden sind, und
etwa 0,5 bis etwa 40 Prozent thermoplastische organische Fasern mit einem begrenzenden Sauerstoffindex über etwa 27, wobei die thermoplastischen organischen Fasern Poly-(p-phenylensulfid) enthalten.

2. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, wobei die thermoplastischen organischen Fasern weiterhin Poly-(1,4-Thiophenylen), aromatische Polyketone, aromatische Polyetheretherketone, Polyimide, Polyamidimide, Polyetherimide, feuerbeständige Polyester oder Gemische davon enthalten.

3. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, wobei die anorganischen Fasern einen mittleren Faserdurchmesser von etwa 6 bis etwa 15 µm aufweisen.

4. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, wobei die anorganischen Fasern einen mittleren Faserdurchmesser von etwa 7 bis etwa 10 µm aufweisen.

5. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, wobei die anorganischen Fasern zwischen 85 und 95 Gewichtsprozent Siliziumdioxid, zwischen etwa 1 Gewichtsprozent und etwa 5 Gewichtsprozent Aluminiumoxid und zwischen etwa 0,1 Gewichtsprozent und etwa 1 Gewichtsprozent Alkalimetalloxide aufweisen.

6. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, wobei die anorganischen Fasern säureextrahiert sind.

7. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, weiterhin etwa 0,5 bis etwa 40 Gewichtsprozent präkeramisches Harz umfassend.

8. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 7, wobei das präkeramische Harz aus einer Gruppe ausgewählt wird, die aus Silizium, Polyureasilazanen, Polycarbosilanen, Polysilazanen, Polysiloxanen, Silizium-Carboxylharzen und Aluminiumsilikatharzen besteht.

9. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, nicht-thermoplastische organische Fasern in einem Volu-

men bis zu 20 Gewichtsprozent umfassend.

10. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 9, wobei die nicht-thermoplastischen Fasern aus einer Gruppe ausgewählt werden, die aus Aramidfasern, Polybenzimidazolfasern oder Wollfasern besteht.

11. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, bis zu 20 Gewichtsprozent einer organischen Bindefaser mit relativ geringer Schmelztemperatur aufweisend.

12. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, weiterhin etwa 0,5 bis etwa 5,0 Gewichtsprozent Polyvinylalkoholfasern umfassend.

13. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, weiterhin umfassend etwa 1 bis etwa 20 Gewichtsprozent organische wärme- und flammenbeständige Fasern mit einem begrenzenden Sauerstoffindex über etwa 27.

14. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, mit einer Zerreißfestigkeit in Maschinenrichtung über 1000 g/2,54 cm (1000 Gramm pro Zoll).

15. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, mit einer Zerreißfestigkeit in Maschinenrichtung über 1600 g/2,54 cm (1600 Gramm pro Zoll).

16. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, mit einem Grundgewicht über 2,25 kg/278,7 m^2 (5 Pfund/3000 $Fuß^2$) und einer Zerreißfestigkeit in Maschinenrichtung pro Pfund Basisgewicht über 30 g/2,54 cm (30 Gramm pro Zoll).

17. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 13, mit einer Zugfestigkeit in Maschinenrichtung pro 0,45 kg (Pfund) Basisgewicht über etwa 40 g/2,54 cm (40 Gramm pro Zoll).

18. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, weiterhin zwischen 1 Gewichtsprozent und 20 Gewichtsprozent partikulären Mineralfüllstoff umfassend.

19. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 15, wobei der partikuläre Mineralsfüllstoff Anatas- oder Rutil-Ttitandioxid ist.

20. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, weiterhin eine Behandlung zum Erzielen der Wasserundurchlässigkeit umfassend.

21. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 20, wobei die Behandlung zum Erzielen der Wasserundurchlässigkeit eine gehärtete Fluorpolymerbeschichtung ist.

22. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, wobei der Anteil der Siliziumatome in dem Siliziumdioxid, die an die Hydroxylgruppen gebunden sind, etwa 40 Prozent beträgt.

23. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 1, wobei das Papier das Durchdringen von Flammen von 982,22°C (1800°F) bis 1093,33°C (2000°F) aus einem Brenner verhindert, der für 240 Sekunden im Abstand von etwa 10,16 cm (4 Zoll) auf das Material gerichtet wird.

24. Papier mit hoher Zerreißfestigkeit, umfassend:
etwa 60 bis etwa 99,5 Gewichtsprozent säurextrahierte anorganische Fasern, die Siliziumdioxid und Aluminiumoxid umfassen, wobei ein Teil der Siliziumatome im Siliziumdioxid an Hydroxylgruppen gebunden ist, und
etwa 0,5 bis etwa 40 Gewichtsprozent thermoplastische organische Bindefasern mit einem begrenzenden Sauerstoffindex über etwa 27, die aus der Gruppe ausgewählt werden, die besteht aus: Poly-(p-Phenylensulfid), Poly-(1,4-Thiophenylen), aromatische Polyketonen, aromatische Polyetheretherketonen, Polyimiden, Polyamidimiden, Polyetherimiden, feuerbeständigen Polyester oder Gemische davon.

25. Papier mit hoher Zerreißfestigkeit gemäß Anspruch 24, wobei das Papier weiterhin umfasst etwa 0,1 bis etwa 10 Gewichtsprozent organische Bindefasern aus Polyvinylalkohol.

26. Papier mit hoher Zerreißfestigkeit gemäß Anspruch 24, wobei die organischen thermoplastischen Fasern Poly-(p-Phenylensulfid)-Fasern umfassen.

27. Feuerhemmendes Papier gemäß Anspruch 26, umfassend
etwa 1,0 bis etwa 10 Gewichtsprozent Polyvinylalkoholfasern;
etwa 0,5 bis etwa 20 Gewichtsprozent Poly-(P-Phenylensulfid)-Fasern;
etwa 60 bis etwa 99,5 Gewichtsprozent säureextrahierte anorganische Fasern und einen anorganischen Füllstoff.

Es folgen 9 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen



Figure 1



Figure 2

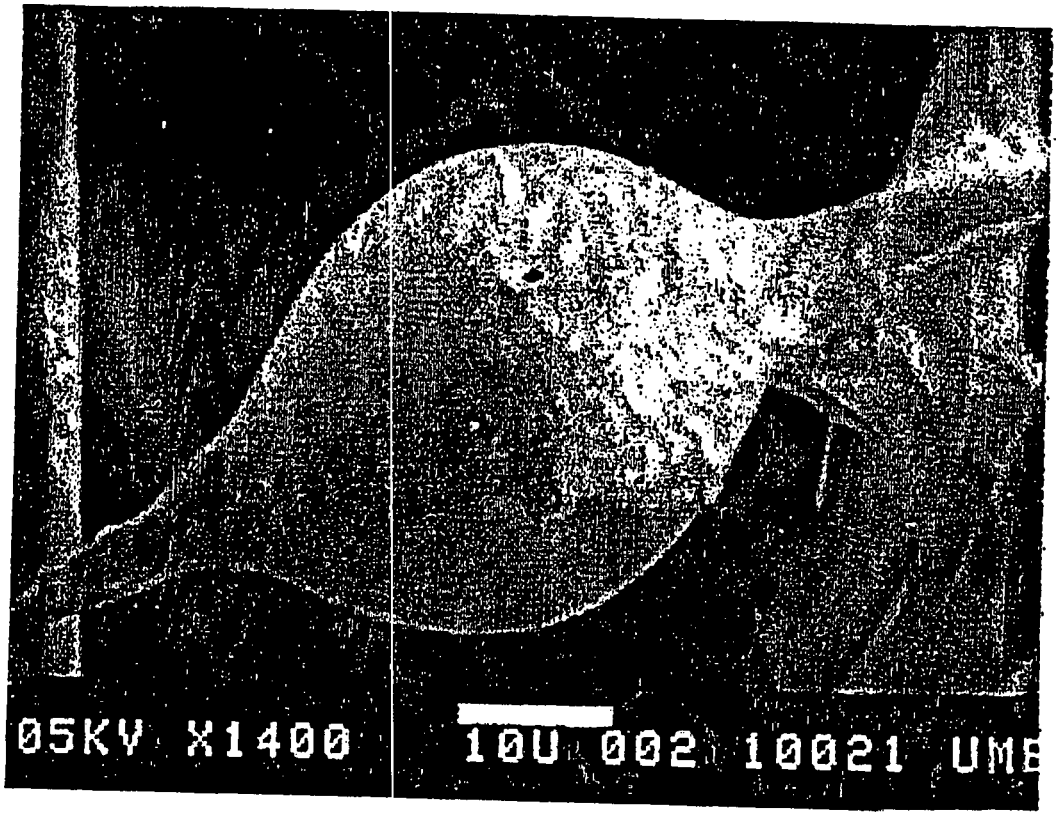


Figure 3

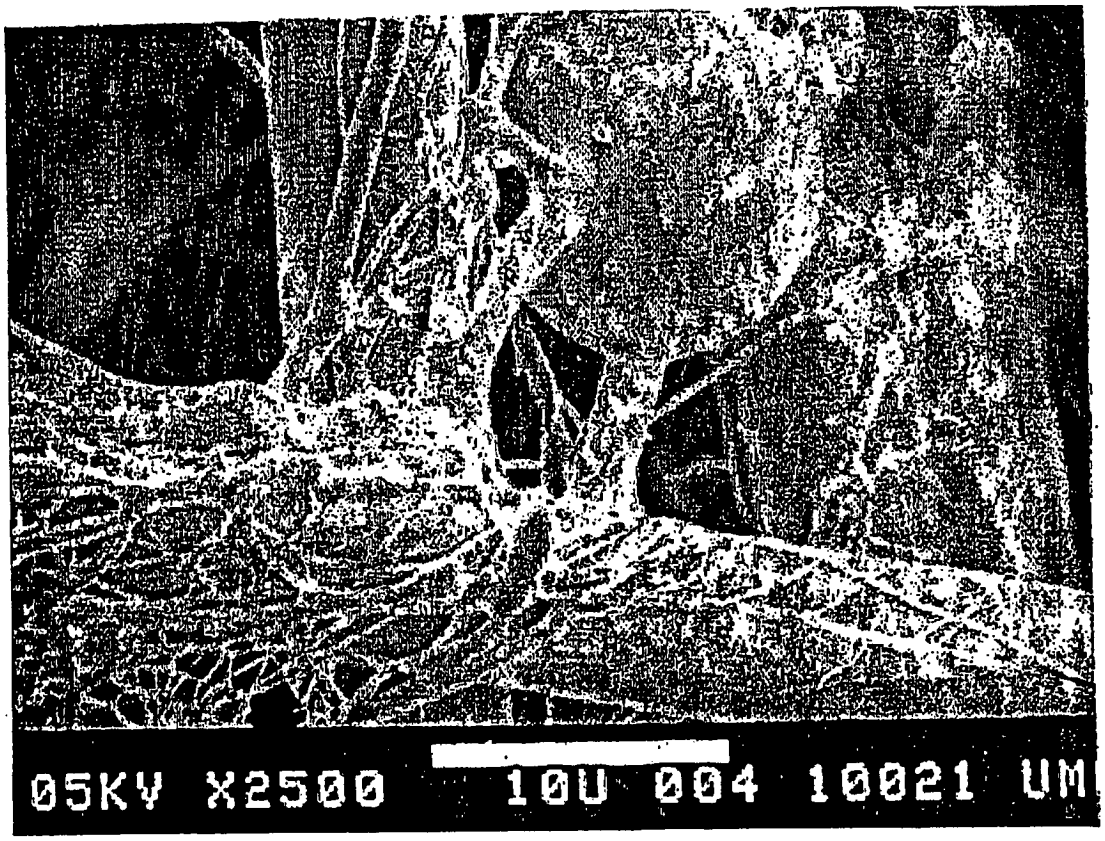


Figure 4

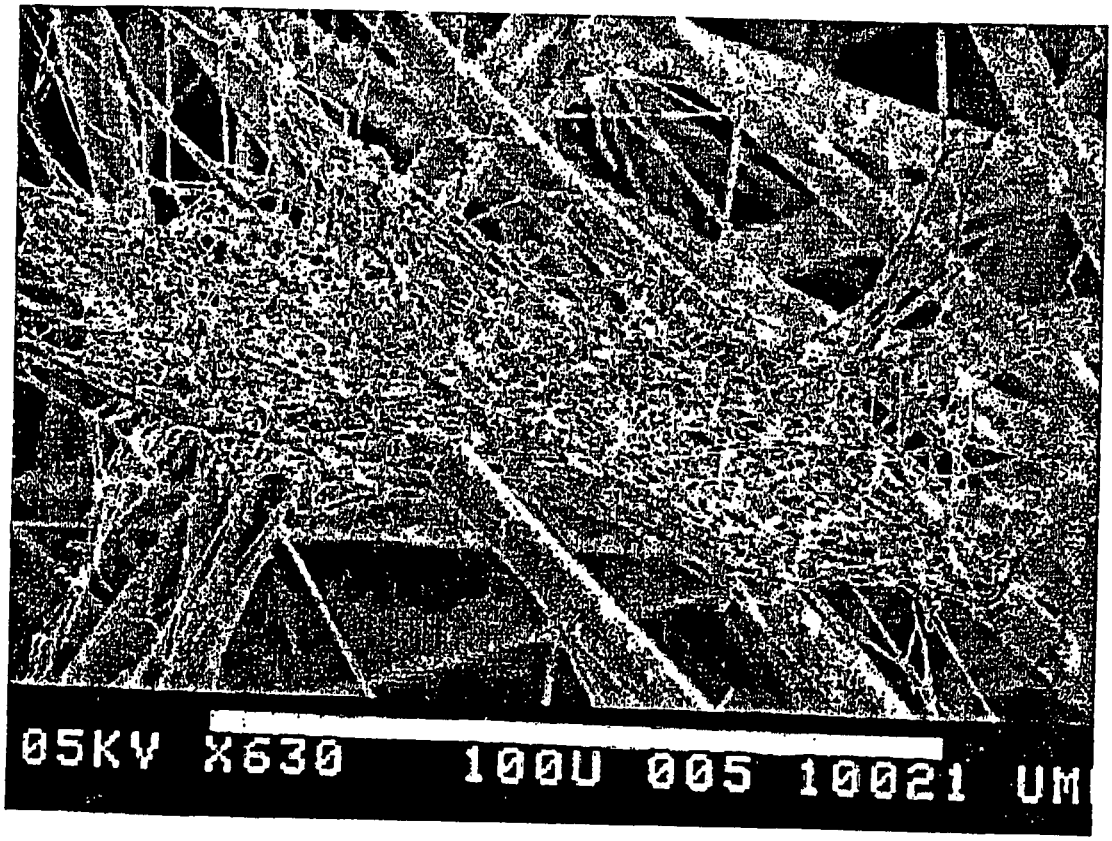


Figure 5

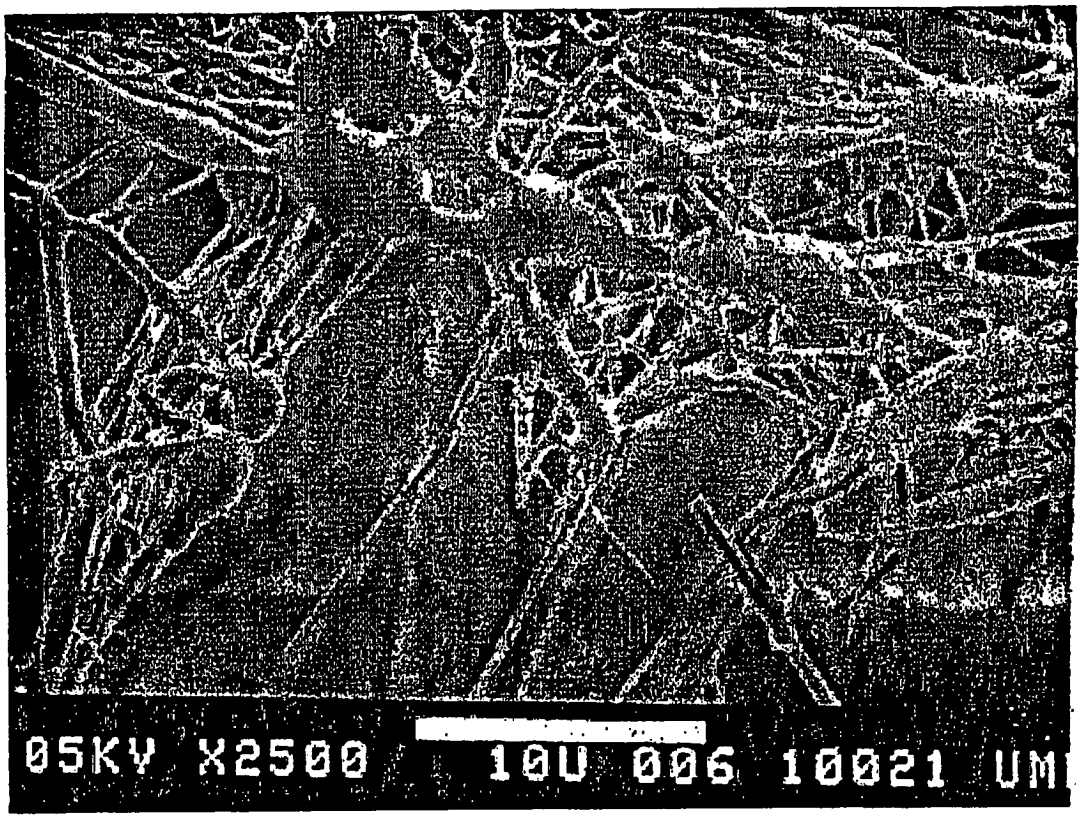


Figure 6

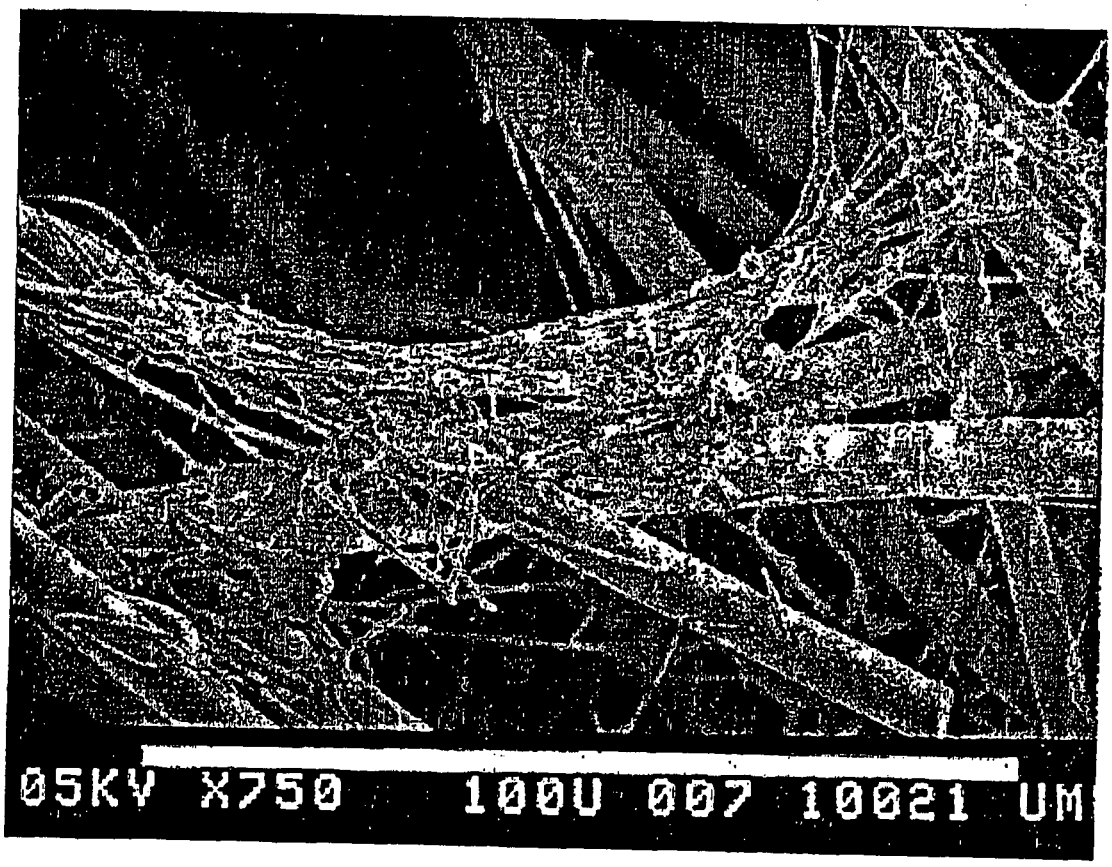


Figure 7



Figure 8



Figure 9