



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 301 589 A7**

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983

5(51) A 62 D 5/00

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD A 62 D / 269 281 3	(22)	08. 11. 84	Datum des Erteilungsbeschlusses: 09. 12. 85
				(45) 08. 04. 93

- (72) Jurthe, Günther, O - 1600 Königs Wusterhausen, DE; Sammler, Jürgen, Dipl.-Chem., O - 1600 Königs Wusterhausen, DE; Herrmann, Manfred, Dipl.-Chem., O - 1600 Königs Wusterhausen, DE; Rudolph, Heldrun, Dipl.-Chem., O - 9200 Freiberg, DE; Fourier, Stefan, Dipl.-Phys., O - 9201 Hohentanne, DE; Reich, Günter, Prof. Dipl.-Chem., Dr. rer. nat. habil., O - 9200 Freiberg, DE; Harzer, Dieter, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat., O - 9200 Freiberg, DE
- (73) Bundesamt für Wehrtechnik und Beschaffung, Konrad-Adenauer-Ring 2-6, W - 5400 Koblenz, DE; Forschungsinstitut für Leder- und Kunstledertechnologie GmbH, Meißner Ring 1, O - 9200 Freiberg, DE
-

(54) **Flächengebilde mit sehr hoher Adsorptionsfähigkeit**

(57) Das erfindungsgemäße Flächengebilde findet vielseitigen Einsatz in der Militärtechnik, beispielsweise zur Herstellung von Schutzbekleidung, die den Menschen vor den Einflußfaktoren von Massenvernichtungsmitteln (Kampfstoffe, Lichtimpuls) schützt, als Filtermaterial, als Detektor- oder Trägermaterial. Es ist Ziel der Erfindung, die Adsorptionsfähigkeit von Flächengebilden, die in Form von Schutzbekleidung den Schutz vor dem Einfluß von Massenvernichtungsmitteln gewährleisten, zu erhöhen und ihre Einsatzgebiete zu erweitern. Die Aufgabe besteht darin, ein neues System eines Flächengebildes mit sehr hoher Adsorptionsfähigkeit zu schaffen. Erfindungsgemäß besteht das Flächengebilde mit einer Luftdurchlässigkeit von 800 bis 5000 l/h bei 196 Pa, gegebenenfalls aus einem an sich bekannten Trägermaterial und einer gefüllten Schaumfolie, die wiederum nach einem Schaumkoagulationsverfahren hergestellten Polymerschaum und einem Kieselgel kleiner und/oder mittlerer Porenweite, wobei der Kieselgelgehalt 50 bis 300%, vorzugsweise 180 bis 220% bezogen auf das Polymersystem beträgt, besteht.

Erfindungsanspruch:

1. **Flächengebilde mit sehr hoher Adsorptionsfähigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß das Flächengebilde mit einer Luftdurchlässigkeit von 800 bis 5000 l/h bei 196 Pa, gegebenenfalls aus einem an sich bekannten Trägermaterial und einer gefüllten Schaumfolie, bestehend aus einem nach einem Schaumkoagulationsverfahren hergestellten Polymerschaum und einem Kieselgel kleiner und/oder mittlerer Porenweite, wobei der Kieselgel-Gehalt 50 bis 300%, vorzugsweise 180 bis 220%, bezogen auf das Polymersystem, beträgt, besteht.**
2. **Flächengebilde nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Porenweite des Kieselgels 2 bis 12 nm, vorzugsweise 3 bis 6 nm, beträgt.**

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Flächengebilde, das sich durch eine sehr hohe Adsorptionsfähigkeit gegenüber Schadstoffen, insbesondere Dämpfen und Aerosolen chemischer Kampfstoffe, auszeichnet und im Zusammenhang mit einer erwünschten Wasserdampfadsorption einen zusätzlichen Schutzeffekt gegenüber dem Lichtimpuls einer Kernwaffendetonation und eine hohe Flammeschutzwirkung aufweist.

Ausgehend von dem hohen Gebrauchswert dieses Flächengebildes leiten sich vielfältige Einsatzmöglichkeiten in der Militärtechnik ab, beispielsweise zur Herstellung von Schutzkleidung, die den Menschen vor den Einflußfaktoren von Massenvernichtungsmitteln schützt, als Filtermaterial (Filterventilationsanlagen, Atemschutzfilter, Respiratoren, Kabinenabdichtungen, Luftentfeuchtung), als Detektor- oder Trägermaterial für chemische, physikalische oder physiko-chemische Nachweis- und Aufklärungssysteme für chemische Kampfstoffe.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Verfahren zur Herstellung von Materialien filtrierenden und adsorbierenden Typs sind an sich bekannt. Sie basieren in erster Linie auf imprägnierten Flächengebilden in Form von Geweben, Vliesen, ausgehärteten Polymerschäumen, die mit Chemosorbentien, Adsorbentien, in letzter Zeit jedoch fast ausschließlich mit Aktivkohle imprägniert werden. Teilweise wird auch die Möglichkeit der Verwendung von carbonisierten und aktivierten Fasern, Fäden bzw. Flächengebilden unterschiedlichen Ursprungs erwähnt, die nach bekannten Verfahren hergestellt werden.

Diesen Materialien haften einige Nachteile bei ihrer Anwendung an: Imprägnierte Materialien mit Chemosorbentien sind instabil, bieten also nur kurzzeitigen Schutz, eine Lagerung über längere Zeiträume ist unmöglich, Hautreizungen beim Träger sind unvermeidbar.

Mit Adsorptionsmittel imprägnierte Vliesstoffe sind steif und brüchig und haben daher sehr schlechte Trageeigenschaften. Die verwendeten Bindemittel setzen die Poren der Adsorbentien zu. Mit Aktivkohle imprägnierte Lamine aus Polymerschaum sind relativ dick. Durch die im allgemeinen lockere Bindung der Aktivkohleteilchen kommt es schnell zu Ausrieselerscheinungen während des Tragens, und das führt ebenso wie bei den imprägnierten Vliesen zum Abbau der Adsorptionseigenschaften. Carbonisierte und aktivierte Flächengebilde sind unabhängig vom Ausgangsmaterial (PAN, Viskose) von äußerst geringer Festigkeit, so daß ein Einsatz als Schutzbekleidung gegenwärtig unmöglich ist. Ein entscheidender Nachteil aller auf Aktivkohlebasis verwendeten Materialien ist die schwarze Farbe. Sie bewirkt einerseits eine fast 100%ige Lichtstrahlungsadsorption und schließt einige Anwendungsmöglichkeiten z. B. als Detektor oder Trägermaterial für Nachweis- und Aufklärungssysteme aus. Darüber hinaus ist die Herstellung all dieser adsorptionsfähigen Flächengebilde darauf gerichtet, die Adsorptionseigenschaften der eingesetzten Adsorbentien zu erhalten. Dies ist äußerst schwierig, da Bindemittel und Polymere die Poren zusetzen und durch andere Technologien nur äußerst lockere Bindungen der Adsorbentien erreicht werden (Ausrieselung).

Ziel der Erfindung

Es ist Ziel der Erfindung, die Adsorptionsfähigkeit von Flächengebilden, die in Form von Schutzbekleidung den Schutz des Menschen vor den Einflußfaktoren von Massenvernichtungsmitteln gewährleisten, zu erhöhen und ihre Einsatzgebiete zu erweitern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die technische Aufgabe, die durch die Erfindung gelöst wird.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein neues System eines Flächengebildes mit sehr hoher Adsorptionsfähigkeit zu schaffen.

Merkmale der Erfindung

Erfindungsgemäß besteht das Flächengebilde mit einer Luftdurchlässigkeit von 800 bis 5000 l/h bei 196 Pa gegebenenfalls aus einem an sich bekannten Trägermaterial und einer gefüllten Schaumfolie, die wiederum aus einem nach einem Schaumkoagulationsverfahren hergestellten Polymerschaum und einem Kieselgel kleinerer bis mittlerer Porenweite, dessen Gehalt 50 bis 300%, vorzugsweise 160 bis 220%, bezogen auf das trockene Polymersystem, beträgt, besteht.

Als Trägermaterial werden vorzugsweise Gewebe, Gewirke oder Gestricke auf Basis von Baumwolle, Polyamid-Polyester- oder Regeneratseide allein oder als Mischfaser verwendet.

Die Verarbeitung kann weiterhin in Verbund- oder Laminatform erfolgen, um dem erfindungsgemäßen Flächengebilde zusätzliche Eigenschaften zu verleihen.

Die vorzugsweise Schichtdicke des adsorptionsfähigen Flächengebildes beträgt 0,6 bis 2,5 mm.

Die Porenweite des eingesetzten Kieselgels beträgt 2 bis 12 nm, vorzugsweise 3 bis 6 nm, das Porenvolumen 0,4 bis 0,9 cm³/g, die aktive innere Oberfläche 250 bis 650 m²/g und die Korngröße bis max. 200 µm, vorzugsweise $\geq 100 \mu\text{m}$.

Das erfindungsgemäß vorgeschlagene Material hat gegenüber bisher verwendetem völlig neue, insbesondere differenzierte Adsorptionseigenschaften, die gekennzeichnet sind durch eine veränderte Wasserdampfadsorption sowie durch ein hohes Adsorptionsvermögen gegenüber chemischen Kampfstoffen auch bei hygroskopischer Feuchtigkeitsabsättigung der Adsorptionsschicht. Selbst weit über die hygroskopische Gleichgewichtfeuchte der adsorptionsfähigen Polymerschaumschicht hinaus, bis zu Wassergehalten von 150% bis 250% zur Trockenmasse der Polymerschaumschicht ist noch eine ausreichende Adsorptionsfähigkeit für chemische Kampfstoffe bei immer noch genügender Luftdurchlässigkeit vorhanden.

Weitere wesentliche Vorteile gegenüber bereits bekannten technischen Lösungen, insbesondere gegenüber mit Aktivkohle imprägnierten Flächengebildes, sind die relativ hohe Schweißresistenz, die eine körpernahe Trageweise ohne wesentlichen Einfluß auf die Adsorptionseigenschaften zuläßt, die weiße Farbe, die das Licht reflektiert, z. B. vor dem Lichtblitz einer Kernwaffendetonation schützt, und daß wegen der erheblichen Wasserdampfaufnahme (z. B. Luftfeuchtigkeit durch hautnahe Tragen), die bei bekannten technischen Lösungen unerwünscht ist, ein zusätzlicher Schutzeffekt gegenüber Lichtimpuls und Flammeinwirkung auftritt.

Diese Wirkungen sind in der Gesamtheit für einen Fachmann äußerst überraschend, da bekannt ist, daß Kieselgel als Kampfstoffadsorbens, z. B. in Schutzausrüstung, keine Bedeutung besitzt und die Adsorptionsfähigkeit durch Feuchtigkeit nicht entscheidend verschlechtert wird.

Das erfindungsgemäße Material ist leicht waschbar, nach Trocknen im Luftstrom (mehrstündiges Erwärmen oder Durchleiten trockener Heißluft, 100 bis 130°C) voll einsetzbar, ohne die Ausgangseigenschaften zu verlieren, das mit Kampfstoff beladene Flächengebilde ist leicht regenerierbar, und es treten überraschenderweise keine Desorptionerscheinungen auf. Für die Konfektionierung erforderliche Nahtlöcher schließen sich.

Ausführungsbeispiele

1. Bestimmung der Durchschlagszeit bei Durchströmung vom Kampfstoff-Luft-Gemisch

Probdaten

Masse pro Fläche	380 g/m ²
Dicke	1,4 mm
Luftdurchlässigkeit	2200 l/h ⁻¹ bei 196 Pa
Kieselgelgehalt	220% zur Polymertrockenmasse
Trägermaterial	ohne

Ausführung

Zur Messung der Adsorptionseigenschaften des gemäß Erfindung vorgeschlagenen Materials mit den o. g. Probdaten wurde durch dieses ein Soman-Luftgemisch mit einer Konzentration von 0,05 mg Soman pro l Luft und einer Strömungsgeschwindigkeit von 10 cm pro min gesaugt. Eine Probe (Nr. 1) war zum Teil mit Wasserdampf angereichert, die Proben Nr. 2 und 3 wurden in Wasser gelegt und leicht ausgedrückt, die Probe Nr. 4 400 h hauteng am Körper getragen.

Zur Bestimmung der Durchschlagszeit als Maß für die Adsorptionseigenschaften wurde die durchgeschlagene Somanmenge ermittelt.

Der Versuch wurde beendet, nachdem sich hinter dem Gewebe eine Somanmenge angesammelt hatte, die dem Konzentrations-Zeit-Produkt $\Sigma c \cdot t = 1 \text{ mg} \cdot \text{min} \cdot \text{l}^{-1}$ entspricht.

Die Prüftemperatur betrug 299 K.

Zum Zeitpunkt der Durchschlagszeit $\Sigma c \cdot t = 1 \text{ mg} \cdot \text{min} \cdot \text{l}^{-1}$ wurden die Proben der Apparatur entnommen, extrahiert und aus dem Extrakt die adsorbierte Somanmenge bestimmt.

Ergebnis

Probe Nr.	Wassergehalt (%)	Durchschlagszeit (min)	adsorb. Somanmenge (µg·m ⁻²)
1	15	600	2,88
2	120	230	1,04
3	220	190	0,87
4	25	420	2,01

2. Bestimmung der Durchschlagszeit von Yperitdampf

Probedaten

gemäß Ausführungsbeispiel 1.

Die Messung wurde an der Probe Nr. 1 sowie parallel dazu an zwei Vergleichsmustern durchgeführt.

V1 = Vergleichsmuster 1 = gummiertes, luftundurchlässiges beschichtetes Gewebe mit Hauptanteil Butylkautschuk, welches zur Herstellung von Isokerender Schutzbekleidung dient.

V2 = Vergleichsmuster 2 = Polyäthylenfolie, ca. 140 µm.

Die Yperitkonzentration, die ständig auf die Proben einwirkte, entsprach der entsprechend seines Dampfdruckes vorhandenen Sättigungskonzentration bei 301 bis 303 K. Diese Temperatur ist identisch mit der P. Ütemperatur.

Der Zeitpunkt des ersten Durchschlages (Farbumschlag vom Indikator) wurde als Durchschlagszeit notiert.

Ergebnis

Probe-Nr.	Durchschlagszeit (min)*
1	420-540
V1	245-320
V2	25- 35

* Von jeder Probe wurden 5 Versuche durchgeführt. Die hier angegebenen Werte geben jeweils die minimale bzw. maximale Durchschlagszeit an.