

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 599 372**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **86 07881**

⑤1 Int Cl⁴ : C 08 J 9/00; B 32 B 5/18, 5/22, 29/00; C 08 K
3/04, 5/41, 5/42; C 08 L 7/00, 9/00.

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 2 juin 1986.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPi « Brevets » n° 49 du 4 décembre 1987.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *KLEITZ Jean-Pierre et MERTZEISEN
Pierre Henri André. — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : Jean-Pierre Kleitz et Pierre Henri André
Mertzeisen.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Rinuy, Santarelli.

⑤4 Procédé de fabrication d'un caoutchouc mousse conducteur.

⑤7 L'invention concerne un procédé de fabrication d'un
caoutchouc mousse conducteur. On peut préparer une mousse
conductrice dont la résistance superficielle n'est pas supérieure
à $9,10 \times 10^{10}$ ohms (mesurée d'après la norme DIN 53 345)
en incorporant à une composition de polymère caoutchouteux
de base au moins 5 parties environ, en poids sec pour
100 parties en poids du polymère, d'une dispersion de noir de
carbone stabilisée par un savon qui, de façon prédominante,
est du même type que le savon compatible avec les produits
servant à fixer la mousse (par exemple émulsifiant synthé-
tique : sulfosuccinamates, alkylsulfates en C₈-C₂₀ ou alkylsulfo-
nates en C₈-C₂₀).

On termine le traitement de façon classique.

Application : revêtement d'un tapis, de papier, d'étoffe non
tissée, de textiles ou de substrats pour faciliter une séparation
ultérieure.

FR 2 599 372 - A1

La présente invention concerne la fabrication de mousses conductrices. Le caoutchouc mousse possède un certain nombre d'applications dans lesquelles il est souhaitable d'éliminer une accumulation de charges d'électricité statique. Ces applications comprennent l'utilisation du caoutchouc à titre de matériau d'amortissement des vibrations et du bruit dans l'industrie électrique. L'un des cas les plus courants d'apparition d'une électricité statique inopportune est due au revêtement de sol domestique et à la commande. A des fins domestiques, on peut utiliser des tapis actuels comportant un pré-revêtement antistatique. Dans des applications exigeant un revêtement de sol conducteur, on peut coller sur une feuille conductrice un tapis ou une moquette de fibres conductrices avec un dossier conducteur non constitué par une mousse. Cependant, un tel tapis ne présenterait pas l'effet d'amortissement et la sensation d'un tapis comportant comme dossier une mousse conductrice. On ne dispose pas actuellement d'un tapis comportant comme dossier une mousse conductrice ayant une résistance superficielle de mousse inférieure à 10^8 ohms, selon la détermination faite par la norme DIN 53345. On a besoin, pour ces applications, de mousses conductrices.

Il a existé un certain nombre d'approches tendant à essayer d'augmenter la conductibilité d'un caoutchouc.

Le brevet US-A-4 231 901 enseigne d'imprégner une mousse à alvéoles ouverts à l'aide d'une composition comprenant une matière conductrice. Le brevet enseigne d'imprégner une mousse d'uréthane à l'aide d'une composition formée d'un latex de caoutchouc de styrène et de butadiène (SBR) et de noir de carbone. L'art antérieur ne suggère pas la possibilité de transformer directement la composition de latex en une mousse.

Il existe un certain nombre de brevets qui

enseignent l'incorporation de feuilles ou fibres conductrices à un tapis à dossier en mousse. Ils comprennent les brevets US-A-3 728 204 et US-A-4 061 811. Ces brevets enseignent le collage d'une feuille sur un dossier de tapis ou la mise en place de fibres conductrices dans un tapis.
5 Ce sont des procédés exigeant beaucoup de travail et onéreux. Aucune de ces deux références n'enseigne la possibilité de fabriquer la mousse sous la forme d'une matière conductrice en soi.

10 Le brevet US-A-3 658 774, actuellement Re 28 070, enseigne l'incorporation d'un sel de métal d'un acide organique et d'un polyol dans un polymère pour diminuer l'accumulation de charges d'électricité statique. Ces matières peuvent être incorporées à des
15 latex de styrène-butadiène, mais le brevet enseigne d'utiliser ce latex comme dossier ou revêtement primaire avec un revêtement secondaire comme un jute. On n'y trouve pas d'enseignement net indiquant que le latex pourrait être transformé en une mousse conductrice. En outre, ces
20 sels gênent le processus de fabrication d'une mousse de gel et ils rendent difficile le séchage et le durcissement de la mousse.

La présente invention cherche à surmonter les limitations de l'art antérieur.

25 La présente invention fournit un procédé pour produire une mousse conductrice, ayant une résistance superficielle non supérieure à $9,9 \times 10^{10}$ ohms, quand on la mesure d'après la norme DIN 53 345, comprenant le mélange, à un latex de polymère caoutchouteux, d'une
30 portion pouvant aller jusqu'à environ 500 parties en poids d'une charge particulière, pour 100 parties en poids dudit polymère caoutchouteux, d'une pâte de vulcanisation et éventuellement un système de gélification, et le moussage de la composition et l'application sur un
35 substrat ; la soumission de la mousse à des conditions

qui vont en provoquer le durcissement et le séchage et la vulcanisation de la mousse, le perfectionnement comprenant l'incorporation, à la composition, d'au moins 5 parties en poids sec, pour 100 parties en poids dudit polymère caoutchouteux, d'une dispersion de noir de carbone stabilisée par un savon qui est de façon prédominante du même type que celui compatible avec les opérations du procédé servant à faire durcir la mousse.

La présente invention fournit également un tapis ayant un dossier formé d'une mousse antiélectricité statique.

Tel qu'il sert dans la présente description, le terme "durcissement" désigne le processus par lequel une mousse fluide est transformée en une masse cohérente non fluide. Cela peut se produire par une inversion de phase comme dans le processus de gélification et cela peut se produire par une évaporation d'eau comme dans un processus ne comportant pas de gélification.

Les latex utiles selon la présente invention sont des latex de polymères caoutchouteux. Généralement, ces latex ont une teneur en polymère(s) d'environ 40 à 75 %, de préférence environ 60 à 75 % en poids du latex. Les polymères peuvent être constitués par un ou plusieurs polymères choisis dans l'ensemble constitué par (i) des polymères synthétiques comportant jusqu'à 50 % en poids d'un mélange d'un ou plusieurs monomères choisis parmi les monomères vinyl-aromatiques en C_8 à C_{12} qui peuvent être non substitués ou bien porter comme substituants un radical alkyle en C_1 à C_4 ou un atome de chlore ou de brome ; des acrylates d'alkyle et d'hydroxyalkyle en C_1 à C_4 ; des méthacrylates d'alkyle et d'hydroxyalkyle en C_1 à C_4 ; et des alcényl-nitriles en C_2 à C_6 ; au moins 50 % en poids d'une dioléfine conjuguée en C_4 - C_6 , qui peut être non substituée ou porter comme substituant un atome de chlore ; et éventuellement jusqu'à 10 % en poids d'un ou plusieurs monomères choisis parmi (a) des

acides carboxyliques à insaturation éthylénique en C_3-C_6 ;
(b) des amides d'acides carboxyliques à insaturation
éthylénique en C_3-C_6 , ces amides pouvant être non substi-
tués ou porter comme substituant(s) sur l'atome d'azote,
5 jusqu'à deux radicaux choisis parmi les radicaux alkyle
en C_1 à C_4 et des radicaux hydroxyalkyle en C_1 à C_4 ;
(ii) du latex de caoutchouc naturel et (iii) un mélange de
(i) ou (ii) avec pas plus de 20 %, de préférence pas
plus d'environ 10 %, en poids d'un latex comprenant :
10 au moins environ 60 %, de préférence au moins 75 %, en
poids d'un monomère vinyl-aromatique en C_8 à C_{12} qui
peut être non substitué ou porter comme substituant un
radical alkyle en C_1 à C_4 ou un atome de chlore ou de
brome ; pas plus d'environ 40, de préférence pas plus de 25% en poids
15 d'une dioléfine conjuguée en C_4 à C_6 ; et d'environ 0,5
à 5 % en poids d'un ou plusieurs monomères choisis parmi
les acides carboxyliques à insaturation éthylénique en
 C_3 à C_6 ; des aldéhydes à insaturation éthylénique en C_3
à C_6 ; des esters alkyliques ou hydroxyalkyliques en C_1
20 à C_4 d'acides carboxyliques à insaturation éthylénique
en C_3 à C_6 , et des amides d'acides carboxyliques à insa-
turation éthylénique en C_3 à C_6 , ces amides pouvant être
non substitués ou porter sur l'atome d'azote jusqu'à deux
substituants choisis parmi les radicaux alkyle et hydroxy-
25 alkyle en C_1 à C_4 .

De préférence, le polymère est un copolymère
de styrène et de butadiène, selon un rapport de 20:80 à
40:60. Le polymère peut être aussi un polymère renforcé
produit par mélange, et éventuellement co-agglomération,
30 d'un polymère mou tel qu'un latex de styrène et de buta-
diène à haute teneur en butadiène avec une résine de
renforcement comme un polymère de styrène et de butadiène
à forte teneur en styrène.

Des monomères convenables sont bien connus en
35 pratique. Les monomères vinyl-aromatiques comprennent le

styrène et l'alphaméthylstyrène et leurs homologues. Des acrylates convenables comprennent l'acrylate de méthyle, le méthacrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate d'hydroxyéthyle, le méthacrylate d'éthyle, le méthacrylate d'hydroxyéthyle, et leurs homologues. Le nitrile le plus courant est l'acrylonitrile. Des acides carboxyliques à insaturation éthylénique, copolymérisables, comprennent les acides acrylique, méthacrylique, itaconique et fumarique. Des esters alkyliques inférieurs de ces acides peuvent être également présents dans les polymères fonctionnels. Le polymère fonctionnel peut aussi inclure des aldéhydes comme l'acroléine ou des amides des acides précités comme l'acrylamide, le méthacrylamide et le N-méthylolacrylamide .

On peut formuler ces latex de façon classique pour fabriquer un caoutchouc mousse. Généralement, la composition peut contenir jusqu'à environ 500, de préférence moins d'environ 250 parties en poids d'une charge particulaire, organique ou minérale. Des charges convenables comprennent du carbonate de calcium, de l'argile, du talc, de la dolomite, des barytes, du trihydrate d'aluminium (hydroxyde d'aluminium), des silicates, des microsphères de verre, de la miette de caoutchouc et d'autres charges convenables. Si l'on utilise un agent de gélification, habituellement de plus faibles quantités de charge sont présentes, généralement pas plus d'environ 170 parties en poids pour 100 parties en poids du polymère et encore mieux moins d'environ 150 parties en poids de charge pour 100 parties en poids de polymère. Les compositions contiennent en général des agents de vulcanisation, en des quantités bien connues en pratique, et d'autres additifs classiques.

La composition peut contenir un agent de gélification ou bien un agent de gélification peut être ajouté par la suite au cours du traitement. Les agents de gélification opèrent en transformant le savon, ou une

partie du savon qui stabilise la composition, en une
matière insoluble. La quantité d'agent de gélification
dépend de la formulation de la composition. On con-
naît en pratique plusieurs types d'agents de gélifica-
5 tion pour fabriquer du caoutchouc mousse. Les deux sys-
tèmes les plus courants sont des silicofluorures de mé-
taux alcalins et des systèmes qui sont une combinaison
d'un composé dégageant de l'ammoniac ou dégageant un ion
ammonium, et d'un composé qui dégage un ion zinc ou un
10 ion cadmium. On utilise habituellement des silicofluo-
rures sous forme de dispersions aqueuses, en des quanti-
tés correspondant à environ 2, généralement 1 à environ
1,5 partie en poids sec pour 100 parties en poids de
la composition (humide). On utilise les systèmes de gé-
15 lification par dégagement d'ammoniac et de métal en des
quantités telles que l'ion zinc ou l'ion cadmium soit présent en
une quantité d'environ 0,5 à 10, de préférence 1 à 5 parties
en poids pour 100 parties en poids du polymère. Le com-
posé dégageant un ion ammonium et leur utilisation sont
20 bien connus en pratique comme décrit dans "High Polymer
Latexes" de D.C. Blackley, MacLaren and Sons, Ltd., 1979,
volume 1, pages 35 à 43, ouvrage auquel on pourra se ré-
férer. Typiquement, on utilise le composé dégageant de
l'ion ammonium en des quantités permettant d'assurer la
25 présence d'environ 0,1 jusqu'à environ 4, de préférence
0,3 à 2 parties d'ammoniac pour 100 parties du polymère
caoutchouteux, comme décrit dans le brevet US-A-3 904 558.

Les silicofluorures de métaux alcalins préfé-
rés sont des silicofluorures de sodium et de potassium.
30 Pour les systèmes de gélification par dégagement d'ammoniac et
d'un ion métal, le métal préféré est le zinc, qui est
habituellement présent dans la composition puisqu'il fait
partie de la pâte d'agent de vulcanisation. Des composés
typiques dégageant un ion ammonium comprennent des sels
35 d'ammonium d'acides comme l'acétate d'ammonium, le chlo-

rure d'ammonium et le sulfate d'ammonium.

On peut utiliser les agents de gélification précités, et en particulier du silicofluorure de sodium, en association avec des agents destinés à améliorer les caractéristiques de traitement et de moussage. Typiquement, de tels agents comprennent du sulfamate d'ammonium, du sulfate d'ammonium, des sulfamates d'amine en C_1 à C_4 et des sulfates d'amine en C_1 à C_4 . On peut utiliser ces agents en des quantités pouvant aller jusqu'à environ 3 parties en poids pour 100 parties en poids du polymère. De préférence, on utilise l'agent en des quantités allant d'environ 0,15 à environ 0,6 partie en poids, pour 100 parties en poids du polymère.

Il existe plusieurs types de noir de carbone ou de graphite qui sont utiles pour fabriquer des matières ayant des propriétés anti-électricité statique. Ils comprennent les noirs d'acétylène, les noirs au tunnel, les noirs de four conducteurs et les noirs de four superconducteurs. Le noir peut être acheté sous forme de poudre ou sous forme d'une dispersion. Si la composition contient suffisamment de savon, il est possible d'ajouter le noir de carbone directement à la composition. Généralement, quand il s'agit de former une composition avec un latex, il est plus facile de manutentionner le noir de carbone sous la forme d'une dispersion aqueuse. Si l'on utilise le noir de carbone sous forme d'une dispersion aqueuse, il doit de préférence être préparé à l'aide d'un savon ou d'un système de savon(s) qui est de façon prédominante du même type que le savon utilisé pour préparer la composition. Il est possible d'utiliser un système de savons consistant en une quantité majeure du savon pour formation de composition et d'une quantité mineure d'un type différent d'émulsifiant. Des savons typiques à incorporer à des systèmes pour gélification sont des savons d'acides en C_8 à C_{20} , saturés et insaturés, d'aci-

des résiniques, d'acides résiniques hydrogénés ou un de leurs mélanges. Les savons préférés sont des savons d'ammonium ou de métal alcalin de l'acide oléique, de l'acide palmitique ou d'acide résinique. Pour des systèmes
5 qui ne sont pas destinés à provoquer une gélification, les savons à inclure dans la composition peuvent comprendre des émulsifiants synthétiques. Des savons typiques comprennent des sulfosuccinamates, des alkylsulfates et des alkylsulfonates. De préférence, les émulsifiants
10 sont sous forme de sels alcalins ou de sels d'ammonium.

Les dispersions utiles conviennent jusqu'à environ 50, de préférence environ 15 à 35 % en poids de noir de carbone et les savons spécifiés ci-dessus ainsi
15 que de l'eau. La dispersion de noir de carbone peut être préparée par un moyen convenable, comme un traitement dans un broyeur à billes ou un agitateur à cisaillement élevé ou dans un autre équipement convenant pour une opération de mélange. Lorsqu'on prépare la dispersion,
20 il faut prendre soin de garantir que les agglomérats de noir de carbone sont bien brisés de manière à obtenir une dispersion uniforme de particules à petit diamètre. Quand on prépare la dispersion de noir de carbone, on utilise de préférence un savon sous forme d'une solution comportant d'environ 10 à 50, de préférence 15 à 45 % de savon,
25 le reste étant constitué par de l'eau. On peut abaisser la viscosité de la dispersion de noir de carbone en y incorporant jusqu'à environ 100 parties en poids d'une émulsion de cire de paraffine pour 100 parties en poids des solides de noir de carbone. Des émulsions de cire de paraffine convenables peuvent être achetées sous la marque commerciale "Mobilcer".
30

La limite supérieure de la proportion de noir de carbone est fonctionnelle. C'est-à-dire qu'on peut
35 l'ajouter jusqu'à ce qu'il diminue la qualité de la mousse,

ou jusqu'à ce que la mousse devienne non économique. La quantité de noir de carbone nécessaire varie selon le type et la qualité du noir de carbone. Généralement, on utilise le noir de carbone en une quantité allant d'environ 4 à 5 environ 30, de préférence de 6 à 15 parties en poids pour 100 parties en poids du polymère. L'efficacité du noir de carbone dépend de son type et de son diamètre de particule. Des noirs de carbone à plus petit diamètre de particule tendent à être plus efficaces. On pense que 10 l'efficacité du noir de carbone dépend du volume de noir de carbone dans la composition. La mousse doit contenir une quantité suffisante de noir de carbone pour assurer une résistance superficielle de mousse qui ne soit pas supérieure à $9,9 \times 10^{10}$ ohms, selon la détermination 15 faite d'après la norme allemande DIN 53 345.

On prépare de façon usuelle la composition, on la fait mousser et quand il y a lieu, on ajoute l'agent de gélification comme dernier ingrédient juste avant, pendant ou après moussage. Généralement, la composition sous 20 forme de mousse a une masse volumique allant d'environ 80 à 600 g/litre. On moule ensuite la composition de mousse, on l'applique sur un substrat comme le dos d'un tapis, une matière textile, une étoffe non tissée, un tissu, du papier ou un substrat destiné à assurer ultérieurement une 25 séparation, et l'on provoque la gélification, le séchage et la maturation de durcissement selon une bonne pratique dans l'industrie. En général, on effectue la gélification en chauffant sous des zones à infrarouges ou par un autre procédé convenable de gélification. On peut comprimer des 30 mousses sous forme de gels ou les gaufrer selon divers modèles après gélification. On effectue généralement le séchage et la maturation de durcissement dans un sécheur à circulation forcée d'air à des températures allant d'environ 100°C à environ 200°C durant une période de 2 à 35 15 minutes.

Ces conditions de gélification et de séchage dépendent de l'équipement, de la masse volumique de la mousse, de l'épaisseur de celle-ci et de la teneur en solides. Les conditions de séchage sont déterminées pour chaque cas particulier.

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention mais nullement à la limiter. Dans les exemples et sauf spécification contraire, les parties sont des parties en poids.

Exemples 1 et 2

Dans un mélangeur à cisaillement élevé, on prépare deux dispersions de noir de carbone, selon les formulations suivantes :

	<u>Formule I</u>	<u>Formule II</u>
15 Eau	150	150
Oléate de potassium (solution à 18 %)	-	-
Dispersant (sel de sodium de l'acide naphthaléneméthane-sulfonique)	220	220
20 Noir de carbone	180	180

Le noir de carbone est un noir de four qui est vendu sous la marque "Corax L". Le pH final de la dispersion était de 11. On prépare deux compositions ayant la formulation suivante :

	<u>A sec</u>	<u>Humide</u>
Latex "Polysar 2341"*	100 parties	150 parties
Noir de carbone (formules I ou II)	22 "	55 "
30 Pâte de vulcanisation	7,6 "	13 "
Charge (CaCO ₃)	80 "	80 "

Les solides de la composition présentent 70 % en poids, et l'on ajuste, à l'aide d'un épaississant à base de polyacrylate de sodium, la viscosité de la composition à environ 3000 mPa.s. On fait mousser la compo-

* Latex de styrène-butadiène contenant au moins 66% de polymère.

tion jusqu'à une masse volumique de 300 g/litre, on ajoute à la mousse de 9 à 15 parties en poids (humide) d'une solution comprenant 15 parties en poids (humide) d'acétate d'ammonium, 5 parties d'ammoniac sous forme d'une solution à 27 % et 80 parties d'eau. Après mélange adéquat, on applique cette mousse sur un tapis tufté comportant un revêtement préalable. On fait gélifier la mousse durant une minute sous des radiateurs à infrarouges puis on la sèche et on la fait durcir dans une étuve à circulation forcée d'air à 150°C. On applique la mousse, à un poids de revêtement d'environ 900 g (humide)/m². On effectue les expériences après avoir préparé la dispersion de noir de carbone, au bout d'une semaine et de deux semaines après préparation de la dispersion de noir de carbone. Dans tous les cas, on juge que, pour des proportions d'agent de gélification de 9 à 13 parties, les mousses sont satisfaisantes et présentent une surface lisse sans craquelures. Une gélification insuffisante se produit pour moins de 9 parties d'agent de gélification et une sur-gélification se produit pour plus de 13 parties d'agent de gélification. Les concepts de gélification insuffisante et de sur-gélification sont bien connus dans l'industrie.

On vérifie la résistance au décollement des couches du tapis ou carquette. Pour 80 parties de charge, la résistance au décollement des couches est de 15 newtons/5 cm (largeur). Pour 60 parties de charge, la résistance au décollement est de 22 newtons pour 5 cm de largeur. Ces valeurs sont considérées comme convenant en pratique. On mesure selon la norme DIN 53 345 la résistance superficielle de la mousse (R_{OT}) et la résistance à travers le tapis (R_{DT}) du tapis. Le tapis est conducteur avec une résistance inférieure à 10⁸ ohms.

En utilisant les formulations ci-dessus, on prépare une série de tapis à dossier de mousse, contenant diverses quantités de noir de carbone. On ajuste dans la

composition la quantité d'oléate de potassium de manière qu'elle reste constante à 4 parties en poids sec pour 100 parties du poids sec du polymère. Le tapis comporte de la fibre conductrice (fil) et il est pré-revêtu à l'aide d'un pré-revêtement anti-électricité statique. Les échantillons de tapis sont satisfaisants pour leur aspect de surface et leur résistance au décollement des couches. On mesure la résistance superficielle (R_{OT}) et la résistance à travers le tapis selon la norme DIN 53 345, partie I. Les résultats sont donnés au tableau II.

On trouve également que la résistance à travers le tapis n'augmente pas nettement si l'on utilise un pré-revêtement courant (non conducteur), ce qui peut offrir un avantage économique et surmonte les difficultés souvent associées à des pré-revêtements conducteurs, ce qui comprend l'effet de plastification des additifs anti-électricité statique, une faible résistance aux taches d'eau, un séchage plus lent et une résurgence du noir de carbone.

Tableau II

Quantité de noir de carbone (parties en poids sec pour 100 parties du polymère)	Résistance superficielle de la mousse (R_{OT}) DIN 53 345 (ohms)	Résistance à travers le tapis (R_{DT}) DIN 53 345 (ohms)
4	10^{14}	6×10^{12}
6	8×10^8	5×10^8
7	6×10^6	7×10^6
8	10^7	7×10^6
10	3×10^5	2×10^5

Il est généralement admis dans l'industrie des tapis qu'un tapis ayant une résistance superficielle (R_{OT}) ou une résistance à travers le tapis inférieure à environ 10^8 est conducteur. Ainsi, il faut environ 6 à 7 parties en poids sec de noir de carbone pour 100 parties de polymère pour obtenir avec cette formulation une mousse conductrice.

Exemple 3

On prépare une autre dispersion de noir de carbone, selon la formulation suivante :

	<u>A sec</u>	<u>Humide</u>
5 Eau	-	80
Oléate de potassium	40	200
Dispersant (sel de sodium de l'acide naphthalèneméthane-sulfonique)	15	33,3
10 Noir de carbone ("Corax L")	<u>100</u>	<u>100</u>
	155	413,3

On prépare une composition de base en utilisant la formulation suivante :

	<u>A sec</u>	<u>Humide</u>
15 Latex "Polysar 2341"	100	150
Dispersion de noir de carbone (ci-dessus)	15,5	41,3
Pâte de vulcanisation	7,6	13
Emulsion de silicone "SM 2064"	0,2	0,4
20 Carbonate de calcium	80	80

On épaissit la composition à 2500 mPa.s. La composition contient 10 parties de noir de carbone pour 100 parties en poids du polymère. On fait mousser la composition jusqu'à une masse volumique de 300 g/litre. et l'on ajoute à la composition, comme décrit à l'exemple I, un système de gélification acétate d'ammonium/ammoniac. On applique après le moussage la composition sur un tapis conducteur pré-revêtu, à un poids de revêtement d'environ 900 g (humide)/m² à l'aide d'une machine pilote de revêtement, et l'on sèche. Le tapis résultant présente un dossier acceptable et des résistances à travers le tapis, de surface de tapis et de surface de mousse de moins de 10⁸ ohms, selon la mesure effectuée d'après la norme DIN 53 345.

Exemple 4

On prépare une dispersion de noir de carbone ayant la composition suivante :

	<u>A sec</u>	<u>Humide</u>
5 Eau	-	109
Oléate de potassium	20	100
Dispersant selon l'exemple 1	5	11,1
Noir de carbone	<u>80</u>	<u>80</u>
	105	300,1

10 On prépare une composition selon la formulation suivante :

	<u>A sec</u>	<u>Humide</u>
Latex "Polysar 2339" *	100	150
Dispersion de noir de carbone		
15 (ci-dessus)	10,5	30
Pâte de vulcanisation	6,5	10,6
Emulsion de silicone "SM 2064"	0,2	0,4
"Sarlypon S"	0,9	1,85
Carbonate de calcium	30	30

20 On épaissit, avec un épaississant à base de polyacrylate, la composition à 2500 mPa.s. On fait mousser la composition jusqu'à une masse volumique de 300 g/litre et l'on ajoute pour 100 g de la composition humide, 5 ml d'une dispersion à 30 % de silicofluorure de sodium

25 (matière active). On applique la mousse au dos d'un échantillon de tapis, à un poids de revêtement d'environ 900 g (humide)/m², et l'on fait gélifier sous des radiateurs à infrarouges durant une minute environ. Puis l'on sèche et fait durcir la mousse. Cela donne une mousse acceptable présentant un tout petit nombre de craquelures très fines. On répète le mode opératoire ci-dessus, sauf qu'on fait gélifier la mousse dans une enceinte à vapeur d'eau. Cela donne une excellente mousse.

30

35 Les échantillons ainsi préparés ont des résistances à travers le tapis, en surface de tapis et de surface de mousse, mesurées d'après la norme DIN 53 345, de moins de 10⁸ ohms.

* Latex de Styrène-butadiène contenant au moins 66% de polymère

Exemple 5

On prépare une dispersion de noir de carbone ayant la composition suivante :

	<u>A sec</u>	<u>Humide</u>
5 Eau	-	225,5
Sulfosuccinamate de sodium	80	230
Dispersant (selon l'exemple 1)	20	44,5
Noir de carbone	<u>150</u>	<u>150</u>
	250	650

10 On prépare une composition répondant à la formulation suivante :

	<u>A sec</u>	<u>Humide</u>
Latex "Polysar 2341"	100	150
Dispersion de noir de carbone		
15 (comme ci-dessus)	25	65
Pâte de vulcanisation (contient "Mobilcer RV")	11,5	24,8
Carbonate de calcium	<u>120</u>	<u>120</u>
	256,5	359,8

20 On épaissit, à l'aide d'un épaississant au polyacrylate, la composition jusqu'à une viscosité de 2800 mPa.s. On fait ensuite mousser la composition jusqu'à une masse volumique de 300 g/litre. On étale un échantillon de la mousse au dos d'un tapis, à un poids de revêtement d'environ 900 g (humide)/m² et l'on fixe

25 sous des sécheurs à infrarouge durant une minute, puis l'on sèche et fait durcir. La mousse résultante a une excellente qualité. Le tapis présente des résistances à travers le tapis, en surface de tapis et en surface

30 de mousse de moins de 10⁸ ohms quand on mesure ces résistances selon la norme DIN 53 345.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour produire une mousse conductrice, ayant une résistance superficielle non supérieure à $9,9 \times 10^{10}$ ohms, quand on la mesure d'après la norme
5 DIN 53 345, comprenant le mélange d'un latex caoutchouteux avec jusqu'à environ 500 parties en poids d'une charge particulaire pour 100 parties en poids dudit polymère caoutchouteux, une pâte de vulcanisation, éventuellement un système provoquant la gélification, et le
10 moussage de la composition et son application sur un substrat, la soumission de la mousse à des conditions qui en provoquent la fixation et le séchage, et la vulcanisation de la mousse, procédé caractérisé en ce qu'il comprend l'incorporation, à la composition, d'au moins 4 parties
15 en poids sec, pour 100 parties en poids dudit polymère caoutchouteux, d'une dispersion de noir de carbone stabilisée par un savon qui, de façon prédominante, est du même type que le savon compatible avec le procédé utilisé pour fixer la mousse.

20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le latex contient d'environ 40 à environ 75 % en poids d'un ou plusieurs polymères caoutchouteux, choisis dans l'ensemble constitué par :

(i) des polymères synthétiques comportant
25 jusqu'à un maximum de 50 % en poids d'un ou plusieurs monomères, choisis parmi les monomères vinyl-aromatiques en C_8 à C_{12} , qui peuvent être non substitués ou porter comme substituant un radical alkyle en C_1 à C_4 ou un atome de chlore ou de brome ; des acrylates d'alkyle et d'hydroxyalkyle en C_1 à C_4 ; des méthacrylates d'alkyle et
30 d'hydroxyalkyle en C_1 à C_4 ; et des alcénylnitriles en C_2 à C_6 ; au moins 50 % en poids d'une dioléfine conjuguée en C_4 à C_6 , qui peut être non substituée ou porter comme substituant un atome de chlore ; et éventuellement
35 jusqu'à 10 % en poids d'un ou plusieurs monomères choisis parmi :

- (a) des acides carboxyliques à insaturation éthylénique, en C₃ à C₆ ;
- (b) des amides d'acides carboxyliques à insaturation éthylénique en C₃ à C₆, ces amides pouvant être non substitués ou porter comme substituants, sur l'atome d'azote, jusqu'à 2 radicaux choisis parmi les radicaux alkyle en C₁ à C₄ et des radicaux hydroxyalkyle en C₁ à C₄ ;
- (ii) du caoutchouc naturel ;
- (iii) un mélange de (i) ou (ii) avec pas plus de 20 % en poids d'un latex formé de pas moins de 60 % en poids d'un monomère vinyl-aromatique en C₈ à C₁₂, qui peut être non substitué ou porter comme substituant un radical alkyle en C₁ à C₄ ou un atome de chlore ou de brome ; pas plus de 40 % en poids d'une dioléfine conjuguée en C₄ à C₆ ; et de 0,5 à 5 % en poids d'un ou plusieurs monomères, choisis parmi les acides carboxyliques à insaturation éthylénique en C₃ à C₆ ; des aldéhydes à insaturation éthylénique en C₃ à C₆ ; des esters alkyl-iques ou hydroxyalkyliques en C₁ à C₄ d'acides carboxyliques à insaturation éthylénique en C₃ à C₆ et des amides d'acides carboxyliques à insaturation éthylénique en C₃ à C₆, ces amides pouvant être non substitués ou porter sur l'atome d'azote, jusqu'à deux substituants choisis parmi des radicaux alkyle en C₁ à C₄ et des radicaux hydroxyalkyle en C₁ à C₄.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'agent de gélification est absent et le savon est un émulsifiant synthétique choisi parmi des sulfosuccinamates, des alkyl(en C₈ à C₂₀) sulfates et des alkyl(en C₈ à C₂₀) sulfonates.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la charge est présente en une quantité pouvant aller jusqu'à un maximum d'environ 250 parties en poids pour 100 parties en poids du polymère caoutchouteux.

5. Procédé selon la revendication 2, caracté-
risé en ce que l'agent de gélification est présent, et
le savon est choisi parmi des savons d'acides carboxyli-
ques saturés et insaturés en C_8 à C_{20} et des acides ré-
5 siniques, et la charge est présente en une quantité pou-
vant aller jusqu'à environ 170 parties en poids pour 100
parties en poids du polymère caoutchouteux.

6. Procédé selon la revendication 5, carac-
térisé en ce que la charge est présente en une quantité
10 inférieure à 150 parties en poids pour 100 parties en
poids du polymère caoutchouteux.

7. Procédé selon la revendication 6, carac-
térisé en ce que l'on ajoute ladite composition jusqu'à
un maximum d'environ 2 parties, en poids sec, pour 100
15 parties en poids de la composition, d'un silicofluorure
de métal alcalin.

8. Procédé selon la revendication 6, carac-
térisé en ce qu'on ajoute à ladite composition un composé
de zinc ou de cadmium, en une quantité suffisante pour
20 fournir environ 0,5 à 10 parties en poids d'ions zinc ou
cadmium pour 100 parties en poids du polymère caoutchou-
teux, et suffisamment d'un composé libérant de l'ammo-
niac ou de l'ion ammonium pour fournir 0,1 à 4,0 parties
d'ammoniac ou d'ions ammonium pour 100 parties du poly-
25 mère caoutchouteux.

9. Procédé selon la revendication 7 ou 8, carac-
térisé en ce qu'on ajoute à la composition jusqu'à un
maximum d'environ 3 parties en poids, pour 100 parties
en poids du polymère caoutchouteux, d'une composition
30 choisie parmi le sulfamate d'ammonium, du sulfate d'am-
monium, des sulfamates d'amides en C_1 à C_4 et des sulfa-
tes d'amine en C_1 à C_4 .

10. Procédé selon la revendication 9, carac-
térisé en ce que l'émulsion de noir de carbone contient
35 jusqu'à 100 parties en poids, pour 100 parties en poids

de noir de carbone, d'une émulsion de cire de paraffine.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le substrat est choisi parmi le dos d'un tapis, du papier, une étoffe non tissée, des textiles et un substrat destiné à faciliter une séparation ultérieure.

12. Mousse conductrice, caractérisée en ce qu'elle est préparée par un procédé selon l'une des revendications 1, 3 ou 5, ou selon les revendications 8 et 9 prises ensemble.