

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la  
Propriété Intellectuelle  
Bureau international



WIPO | PCT



(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2025/036850 A2**

(43) Date de la publication internationale  
20 février 2025 (20.02.2025)

(51) Classification internationale des brevets :  
Non classée

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/EP2024/072624

(22) Date de dépôt international :  
09 août 2024 (09.08.2024)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
FR2308656 11 août 2023 (11.08.2023) FR

(71) Déposants : **EXPLEO FRANCE** [FR/FR] ; 3 avenue des près, 78180 Montigny le Bretonneux (FR). **CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE** [FR/FR] ; 3 rue Michel-Ange, 75016 Paris (FR). **UNIVERSITÉ PAUL SABATIER (TOULOUSE III)** [FR/FR] ; 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse Cedex 9 (FR).

(72) Inventeurs : **FRANCESCHI, Sophie** ; 17 rue de l'Autan, 31320 Pechbusque (FR). **PEREZ, Emile** ; 11 allée d'Armorique, 31770 Colomiers (FR). **CORDINIER, Alexandre** ; Résidence Les Arcades D4, 24 rue du 14 Juillet, Appartement 09, 31100 Toulouse (FR). **MISTOU, Nicolas** ; 10 rue Emile Zola, 69002 Lyon (FR). **PONTEINS, Philippe** ; 10 Rue Robert Louis Stevenson, 31270 Villeneuve Tolosane (FR).

(74) Mandataire : **BREVALEX** ; Tour TRINITY 1B Place de la défense, 92400 COURBEVOIE (FR).

(81) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible*) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG,

KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Publiée:**

- sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport (règle 48.2(g))
- en noir et blanc ; la demande internationale telle que déposée était en couleur ou en échelle de gris et est disponible sur PATENTSCOPE pour téléchargement.

(54) Title: DISASSEMBLY COMPOSITION, USE THEREOF FOR DISASSEMBLING A BONDED STRUCTURE, AND ASSOCIATED DISASSEMBLY METHOD

(54) Titre : COMPOSITION DE DÉSASSEMBLAGE, SON UTILISATION POUR DÉSASSEMBLER UNE STRUCTURE COLLÉE ET PROCÉDÉ DE DÉSASSEMBLAGE ASSOCIÉ

(57) Abstract: The invention relates to a disassembly composition comprising: - one or more organic carbonates selected from dialkyl carbonates and alkylene carbonates; - an aqueous solution of hydrogen peroxide H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; - one or more organic acids selected from monocarboxylic acids comprising at least 10 carbon atoms and polycarboxylic acids; and - one or more gelling agents. The invention also relates to the use of this composition for disassembling a structure comprising at least two elements secured to one another by means of an adhesive joint, and to a method for disassembling such a structure.

(57) Abrégé : L'invention se rapporte à une composition de désassemblage comprenant : - un ou plusieurs carbonates organiques choisis parmi les carbonates de dialcyle et les carbonates d'alkylène, - une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, - un ou plusieurs acides organiques choisis parmi les acides monocarboxyliques comprenant au moins 10 atomes de carbone et les acides polycarboxyliques, et - un ou plusieurs agents gélifiants. L'invention se rapporte également à l'utilisation de cette composition pour le désassemblage d'une structure comprenant au moins deux éléments solidarisés entre eux au moyen d'un joint de colle ainsi qu'à un procédé de désassemblage d'une telle structure.



WO 2025/036850 A2

## **Composition de désassemblage, son utilisation pour désassembler une structure collée et procédé de désassemblage associé**

### **DOMAINE TECHNIQUE DE L'INVENTION**

5 La présente invention se rapporte au domaine du désassemblage de structures collées, ces structures collées étant définies comme des structures comprenant au moins deux éléments solidarisés entre eux au moyen d'un joint de colle ou d'un mastic.

Elle se rapporte plus spécifiquement à une composition de désassemblage  
10 particulière permettant de dégrader ledit joint de colle ou ledit mastic et, ce faisant, de désassembler les éléments de la structure.

L'invention se rapporte également à une utilisation de cette composition particulière pour désassembler les structures mentionnées ci-dessus ainsi qu'à un procédé de désassemblage de telles structures qui met en œuvre cette composition  
15 de désassemblage particulière.

### **ÉTAT DE LA TECHNIQUE**

Dans de nombreux domaines tels que ceux de l'aéronautique, du spatial et de l'automobile, il est crucial de mettre en œuvre des assemblages ou structures  
20 présentant une très grande résistance mécanique.

Ces structures sont typiquement formées par au moins deux éléments qui sont solidarisés entre eux par des moyens mécaniques parmi lesquels on peut citer le rivetage, la soudure, le vissage ou encore le boulonnage. Or, de tels moyens mécaniques ne sont pas sans incidence sur les performances finales des structures  
25 qui en sont pourvues, les performances intrinsèques des matériaux pouvant être abaissées jusqu'à 50 %.

Pour remédier à cette baisse des performances, il a été proposé de solidariser les éléments formant les structures par la technique du collage. Ce moyen chimique est, en effet, parfaitement adapté à tous les types de structures, quels que soient les  
30 matériaux et/ou l'épaisseur des éléments constitutifs desdites structures. Le collage présente, en outre, de nombreux autres avantages tels qu'une répartition plus régulière des contraintes, une élasticité des joints collés, un allègement des structures ainsi qu'une amélioration esthétique de ces dernières. Ces avantages sont particulièrement

cruciaux dans le domaine aéronautique qui requiert simultanément résistance mécanique et légèreté.

Pour toutes les raisons qui viennent d'être énoncées, la solidarisation entre eux des éléments formant les structures au moyen de joints de colle est de plus en plus employée.

À titre d'exemple, on peut citer le collage de pièces métalliques ou de pièces composites à base de résine thermoplastique de type polyétheréthercétone (PEEK) ou polyéthercétonecétone (PEKK) utilisée dans l'aéronautique et renforcées par des fibres, notamment des fibres de carbone, au moyen de joints de colle telle qu'une colle obtenue à partir d'une résine époxyde ou cyanoacrylate.

Toutefois, la solidité de ces structures peut s'avérer être un inconvénient lorsqu'il s'agit de décoller les éléments assemblés par collage, que ce soit pour les réparer ou les réassembler, par exemple en raison d'un défaut d'assemblage, ou, de manière plus générale, pour recycler ces structures de manière à récupérer les matières recyclables qui les constituent.

À ce jour, les procédés mécaniques, chimiques ou thermiques qui sont mis en œuvre pour désassembler les structures décrites ci-dessus conduisent le plus souvent à une dégradation au moins partielle des éléments formant les structures. Ce faisant, ces éléments ne peuvent être ni réparés, ni récupérés, ni recyclés, ce qui est particulièrement préjudiciable non seulement d'un point de vue économique mais également d'un point de vue environnemental.

En particulier, les procédés chimiques de désassemblage utilisés pour décomposer les joints de colle à base de résine époxyde ou cyanoacrylate qui solidarisent les éléments constitutifs des structures sont conduits à des températures élevées, typiquement supérieures ou égales à 100 °C, et/ou en présence de réactifs ou solvants (acides forts, solvants chlorés ou hydrocarbures) qui sont agressifs et peuvent s'avérer dangereux pour la santé et l'environnement. De plus, le stockage de ces solutions chimiques peut s'avérer compliqué pour les utilisateurs qui ne sont pas habilités à l'utilisation de tels produits.

Il n'existe donc à l'heure actuelle aucun procédé de désassemblage, par voie chimique, de structures formées d'éléments solidarités entre eux au moyen de ce type de joints de colle qui permette de récupérer ces éléments sans les dégrader, de manière à pouvoir les réutiliser ou les recycler.

Le but de la présente invention est, par conséquent, de pallier les inconvénients des procédés mécaniques, thermiques et chimiques de l'art antérieur et de proposer un procédé de désassemblage, par voie chimique, de structures formées d'éléments solidarisés entre eux au moyen de joints de colle, en particulier d'une colle  
5 obtenue à partir d'une résine époxyde, acrylate, cyanoacrylate, poly(siloxane), poly(uréthane) ou urée formaldéhyde, ce procédé permettant de récupérer, sans les dégrader, ces éléments de manière à pouvoir les réutiliser ainsi que de recycler tout ou partie des matériaux formant ces structures.

Ce procédé de désassemblage doit, en outre, se caractériser par un impact  
10 environnemental et énergétique qui soit le plus faible possible. En particulier, le procédé de désassemblage doit pouvoir être mis en œuvre dans des conditions opératoires, notamment de température, qui soient modérées, et en présence de solvants et réactifs qui soient respectueux de l'environnement, non toxiques, non polluants et recyclables.

De manière plus générale, un autre but de la présente invention est de fournir  
15 une composition qui permette de désassembler, dans des conditions douces, les éléments des structures qui sont solidarisés entre eux au moyen de joints de colle.

## EXPOSÉ DE L'INVENTION

20 Les buts précédemment énoncés ainsi que d'autres sont atteints, en premier lieu, par une composition de désassemblage particulière.

Selon l'invention, la composition de désassemblage comprend :

- un ou plusieurs carbonates organiques (a) choisis parmi les carbonates de dialkyle (a1) et les carbonates d'alkylène (a2),
- 25 - une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b),
- un ou plusieurs acides organiques (c) choisis parmi les acides monocarboxyliques (c1) comprenant au moins 10 atomes de carbone et les acides polycarboxyliques (c2), et
- un ou plusieurs agents gélifiants (d).

30 La composition de désassemblage selon l'invention comprend du peroxyde d'hydrogène (b), qui est un réactif dont les seuls sous-produits susceptibles d'être formés sont l'eau et l'oxygène ainsi qu'un ou plusieurs carbonates organiques (a), qui sont des solvants de haut point d'ébullition, ininflammables et non corrosifs.

Cette composition de désassemblage, qui comprend donc des composés qui sont non toxiques et respectueux de l'environnement, permet de dégrader, de manière performante et dans des conditions modérées, le ou les joints de colle ou mastics qui solidarisent initialement entre eux les éléments de la structure, notamment lorsque la  
5 colle a été obtenue à partir d'une résine époxyde, acrylate, cyanoacrylate, poly(siloxane), poly(uréthane) ou urée formaldéhyde. Le joint de colle est dégradé par dépolymérisation de la matrice de la colle, cette dépolymérisation résultant de l'oxydation de la matrice par le peroxyde d'hydrogène qui, combiné à l'acide organique en tant que réactif, forme un acide peroxy-carboxylique qui agit comme un puissant  
10 agent oxydant.

La composition selon l'invention permet donc de désassembler la structure pour en récupérer les éléments constitutifs sans dégradation de ces derniers. Ces éléments ainsi désassemblés peuvent alors ensuite être réutilisés ou recyclés.

Comme indiqué précédemment, la composition de désassemblage selon  
15 l'invention comprend un ou plusieurs carbonates organiques (a) choisis parmi les carbonates de dialkyle (a1) et les carbonates d'alkylène (a2).

Ainsi, et de manière avantageuse, la composition peut ne comprendre qu'un seul carbonate organique (a), soit un carbonate de dialkyle (a1), soit un carbonate d'alkylène (a2).

20 La composition peut également comprendre un mélange de deux, trois, voire plus, carbonates organiques (a), notamment un mélange de plusieurs carbonates de dialkyle (a1), un mélange de plusieurs carbonates d'alkylène (a2) ou encore un mélange d'un ou plusieurs carbonates de dialkyle (a1) avec un ou plusieurs carbonates d'alkylène (a2).

25 Dans une variante de l'invention, le ou les carbonates de dialkyle (a1), qui sont également connus sous la désignation d'alkylcarbonates acycliques, sont choisis parmi le carbonate de diméthyle et le carbonate de diéthyle.

Dans une variante de l'invention, le ou les carbonates d'alkylène (a2), qui sont également connus sous la désignation d'alkylcarbonates cycliques, sont choisis parmi  
30 le carbonate d'éthylène et le carbonate de propylène.

Dans une variante avantageuse, le carbonate d'alkylène (a2) est le carbonate de propylène.

Dans une variante préférentielle, le carbonate organique (a) présent dans la composition selon l'invention est le carbonate de propylène.

Le carbonate de propylène présente, en effet, de nombreux avantages. C'est un solvant polaire aprotique biodégradable, ininflammable, non corrosif, non toxique, qui présente un point d'ébullition de 242 °C. Étant obtenu par réaction de l'époxyde de propylène et du dioxyde de carbone CO<sub>2</sub>, il permet en outre de valoriser le CO<sub>2</sub>. De surcroît, le carbonate de propylène est miscible avec le peroxyde d'hydrogène pour un maximum de réactivité. Le carbonate de propylène est donc un solvant dit "solvant vert", qui peut être utilisé à grande échelle et à coût maîtrisé.

La composition de désassemblage selon l'invention comprend, en outre, un ou plusieurs acides organiques (c).

La présence d'au moins un acide organique (c) permet de catalyser la réaction d'oxydation de la matrice polymère de la colle et, par conséquent, la dégradation par dépolymérisation du joint de colle.

Ce ou ces acides organiques (c) sont choisis parmi les acides monocarboxyliques (c1) comprenant au moins 10 atomes de carbone et les acides polycarboxyliques (c2).

Si d'un point de vue réactionnel, n'importe quel acide monocarboxylique permet de catalyser la réaction d'oxydation de la matrice polymère de la colle, le choix se porte sur les acides monocarboxyliques (c1) comprenant au moins 10 atomes de carbone pour des raisons de sécurité industrielle.

La composition de désassemblage selon l'invention peut ne comprendre qu'un seul acide organique (c) ou bien, au contraire, un mélange de deux, trois, voire plus, acides organiques (c), notamment un mélange de plusieurs acides monocarboxyliques (c1), un mélange de plusieurs acides polycarboxyliques (c2) ou encore un mélange d'un ou plusieurs acides monocarboxyliques (c1) avec un ou plusieurs acides polycarboxyliques (c2).

Dans une variante de l'invention, l'acide monocarboxylique (c1) est l'acide laurique.

Dans une variante de l'invention, le ou les acides polycarboxyliques (c2) sont choisis parmi les acides dicarboxyliques, par exemple l'acide tartrique, et les acides tricarboxyliques, par exemple l'acide citrique.

Dans une variante préférentielle, l'acide organique (c) présent dans la composition selon l'invention est l'acide citrique.

La composition de désassemblage selon l'invention comprend, en outre, un ou plusieurs agents gélifiants (d).

5 Ainsi, la composition selon l'invention peut ne comprendre qu'un seul agent gélifiant (d) ou bien, au contraire, un mélange de deux, trois, voire plus, agents gélifiants (d).

La présence d'au moins un agent gélifiant (d) permet de donner à la composition de désassemblage selon l'invention une consistance telle qu'elle puisse  
10 être aisément appliquée sur tout ou partie de la surface du joint à dégrader, avantageusement sur toute la surface du joint et, préférentiellement, uniquement la surface du joint, la localisation de cette composition pouvant se maintenir dans la durée.

Dans une variante particulière, le ou les agents gélifiants (d) sont des  
15 composés distincts du ou des acides organiques (c).

Dans une variante avantageuse, le ou les agents gélifiants (d) sont choisis parmi les phyllosilicates, les poly(éther vinyliques) linéaires et les silices pyrogénées.

Parmi les phyllosilicates, les argiles sont plus particulièrement privilégiées, notamment les argiles naturelles, les argiles synthétiques et les argiles chimiquement  
20 modifiées.

Dans une variante préférentielle, l'agent gélifiant (d) est une argile synthétique et, plus préférentiellement, une laponite.

La mise en œuvre d'une laponite comme agent gélifiant (d) a l'avantage de former une composition de désassemblage qui se présente sous la forme d'un gel  
25 thixotrope.

Plus particulièrement, la Laponite RD<sup>®</sup>, qui est un phyllosilicate feuilleté synthétique commercialisé par la société Evonik, peut être utilisée comme laponite en tant qu'agent gélifiant (d), comme illustré dans les exemples. Cette Laponite RD<sup>®</sup> est une laponite qui est insoluble dans la phase aqueuse mais s'hydrate et gonfle pour  
30 donner des dispersions colloïdales incolores.

Dans une variante plus particulièrement privilégiée, la composition de désassemblage selon l'invention comprend :

- du carbonate de propylène (a2),

- une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b),
- de l'acide citrique (c2), et
- de la laponite (d).

5 Dans une variante, la proportion massique d'agent(s) gélifiant(s) (d) dans la composition de désassemblage selon l'invention est suffisante pour que la composition présente une viscosité à 20 °C d'au moins 1000 mPa.s et, de préférence, comprise entre 1200 mPa.s et 2500 mPa.s.

10 Dans une variante avantageuse, la proportion massique des composés (a), (b), (c) et (d), par rapport à la masse totale de la composition de désassemblage est la suivante :

- de 40 % mass à 70 % mass de carbonate(s) organique(s) (a),  
préférentiellement de carbonates d'alkylène (a2),
- de 20 % mass à 60 % mass de solution aqueuse de peroxyde  
d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b),
- 15 - de 0,5 % mass à 3 % mass d'acide(s) organique(s) (c),  
préférentiellement d'acides polycarboxylique(s) (c2), et
- de 5 % mass à 15 % mass d'agent(s) gélifiant(s) (d).

20 Dans une variante avantageuse, la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b) comprend une proportion massique d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pur qui est comprise entre 20 % mass et 40 % mass.

Dans une variante plus particulièrement privilégiée, cette proportion massique d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pur dans la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b) est de l'ordre de 30 % mass.

25 La présente invention se rapporte, en deuxième lieu, à une utilisation d'une composition particulière pour le désassemblage d'une structure comprenant au moins deux éléments solidarités entre eux au moyen d'un joint de colle ou d'un mastic.

Selon l'invention, cette composition particulière est une composition de désassemblage telle que définie ci-dessus, c'est-à-dire une composition qui comprend :

- 30 - un ou plusieurs carbonates organiques (a) choisis parmi les carbonates de dialkyle (a1) et les carbonates d'alkylène (a2),
- une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b),

- un ou plusieurs acides organiques (c) choisis parmi les acides monocarboxyliques (c1) comprenant au moins 10 atomes de carbone et les acides polycarboxyliques (c2), et
- un ou plusieurs agents gélifiants (d).

5 Les caractéristiques décrites précédemment en liaison avec la composition de désassemblage et, notamment, les caractéristiques relatives aux composés (a), (a1), (a2), (b), (c), (c1), (c2) et (d) formant cette composition ainsi qu'à leurs proportions massiques respectives, sont bien entendu applicables à la présente utilisation pour le désassemblage d'une structure comprenant au moins deux éléments solidarisés entre  
10 eux au moyen d'un joint de colle ou d'un mastic.

L'utilisation selon l'invention permet de désassembler, dans des conditions douces et respectueuses de l'environnement, le joint de colle ou le mastic qui solidarise les éléments constitutifs de la structure par dépolymérisation par oxydation du mastic ou de la colle formant ce joint.

15 La colle qui forme ce joint, solidarisant entre eux les éléments de la structure, peut notamment être choisie dans le groupe constitué par une colle polyépoxy, une colle poly(acrylate), une colle poly(cyanoacrylate), une colle poly(siloxane) et une colle poly(uréthane).

20 Il est précisé que l'on entend par les expressions "colle polyépoxy" (ou "colle époxy"), "colle poly(acrylate)" (ou "colle acrylate"), "colle poly(cyanoacrylate)" (ou "colle cyanoacrylate"), "colle poly(siloxane)" (ou "silicone"), "colle poly(uréthane)" et "colle urée formol", une colle qui est respectivement obtenue à partir d'une résine époxyde, acrylate, cyanoacrylate, siloxane, uréthane et urée formaldéhyde.

25 Le mastic peut notamment être un mastic poly(uréthane), obtenu à partir d'une résine uréthane.

30 Chacun des éléments de la structure peut être formé par tout matériau insensible à la composition de désassemblage, c'est-à-dire par tout matériau qui n'est pas dégradé par cette composition et, en particulier, par un matériau choisi dans le groupe constitué par du verre, un matériau métallique, un matériau céramique et un matériau polymère.

Lorsqu'un ou plusieurs des éléments de la structure sont formés par un matériau polymère, ce dernier peut en particulier être obtenu à partir d'une résine

thermoplastique, telle qu'une résine PEEK ou PEKK, ou à partir d'une résine thermodurcissable.

Il est tout à fait envisageable que ce matériau polymère formant les éléments de la structure comprenne, en outre, des renforts. De tels renforts peuvent notamment  
5 être choisis parmi des fibres, des nappes, des tissus et des charges particulières et être formés par des matières végétales, par des matières minérales, par du verre ou encore par du carbone.

La présente invention se rapporte, en troisième lieu, à un procédé de désassemblage d'une structure comprenant au moins deux éléments solidarités entre  
10 eux au moyen d'un joint de colle ou d'un mastic.

Selon l'invention, ce procédé comprend les étapes successives (1) à (3) suivantes :

- (1) une application, sur tout ou partie du joint de colle, d'une composition de désassemblage telle que définie ci-dessus, étant précisé que les  
15 caractéristiques relatives aux composés (a), (a1), (a2), (b), (c), (c1), (c2) et (d) formant cette composition ainsi qu'à leurs proportions massiques respectives peuvent être prises seules ou en combinaison,
- (2) un placement de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (1) dans une étuve à une température comprise entre 15 °C et 90 °C pendant une  
20 durée t, et
- (3) un retrait de l'étuve de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (2).

Le procédé de désassemblage selon l'invention est de mise en œuvre aisée, sans risque pour la sécurité industrielle et environnementale et peut, en outre et  
25 notamment pour certaines colles, être conduit à la température ambiante (environ 20 °C).

Lors de l'étape (1), la composition de désassemblage selon l'invention est appliquée sur tout ou partie du joint de colle ou du mastic solidarisant entre eux les éléments de la structure.

30 Par l'expression "sur tout ou partie du joint ou du mastic", on entend l'application de la composition de désassemblage sur tout ou partie de la surface du joint ou du mastic qui est accessible à partir de la structure.

De préférence, et dans le but d'optimiser la dégradation du joint de colle ou du mastic, la composition de désassemblage est appliquée sur tout le joint ou le mastic, c'est-à-dire sur l'intégralité de la surface du joint ou du mastic accessible à partir de la structure.

5 Comme indiqué précédemment dans le cadre de l'utilisation de la composition de désassemblage selon l'invention, la colle qui forme ce joint peut notamment être choisie dans le groupe constitué par une colle polyépoxy, une colle poly(acrylate), une colle poly(cyanoacrylate), une colle silicone, une colle poly(uréthane) et une colle urée formol. Le mastic peut notamment être un mastic poly(uréthane).

10 De même, chacun des éléments de la structure peut être formé par un matériau insensible à la composition de désassemblage, qui peut être choisi dans le groupe constitué par du verre, un matériau métallique, un matériau céramique et un matériau polymère obtenu, par exemple, à partir d'une résine thermoplastique ou thermodurcissable. Ce matériau polymère peut, en outre, comprendre des renforts tels  
15 que des fibres, des nappes, des tissus et des charges particulières, notamment en matières végétales, en matières minérales, en verre ou encore en carbone.

À l'issue de l'étape (1), est mise en œuvre une étape (2) consistant à placer, dans une étuve portée à une température comprise entre 15 °C et 90 °C, la structure revêtue, au niveau du joint de colle, de la composition de désassemblage selon  
20 l'invention.

Dans une variante avantageuse, la structure revêtue est disposée dans une enceinte close hermétiquement, cette enceinte close étant alors placée dans l'étuve.

Le fait de disposer la structure revêtue dans une enceinte close favorise l'attaque chimique du joint de colle, ou du mastic, par la composition de  
25 désassemblage selon l'invention, sous l'action des équilibres chimiques qui s'installent entre les phases vapeur et liquide.

La structure ainsi revêtue est maintenue dans l'étuve à cette température pendant une durée t, durée qui est fonction du temps nécessaire pour que la composition de désassemblage selon l'invention puisse dégrader la colle formant le  
30 joint.

Dans une variante également avantageuse, cette durée t est d'au moins 12 h et, préférentiellement, comprise entre 24 h et 96 h.

Dans une variante avantageuse, la température de l'étuve est comprise entre 20 °C et 80 °C et, préférentiellement, comprise entre 40 °C et 75 °C, de tels intervalles resserrés de température permettant d'augmenter la cinétique de dégradation du joint de colle par la composition de désassemblage selon l'invention.

5            Au terme de la durée  $t$  de l'étape (2), on retire la structure de l'étuve (étape (3)). On observe que le joint de colle est dégradé et ne permet plus, au moins partiellement, de maintenir solidairement les éléments constitutifs de la structure initiale qui peuvent alors être désassemblés, ce désassemblage pouvant notamment être réalisé manuellement.

10           Dans une variante avantageuse, le procédé de désassemblage selon l'invention comprend, après l'étape (2) et avant l'étape (3), au moins un cycle complémentaire comprenant les sous-étapes (2<sub>1</sub>) à (2<sub>4</sub>) successives suivantes :

(2<sub>1</sub>) un retrait de l'étuve de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (2),

15           (2<sub>2</sub>) une élimination des résidus de composition présents sur le joint de colle,

(2<sub>3</sub>) une application, sur tout ou partie du joint de colle, de la composition de désassemblage telle que définie ci-dessus, et

(2<sub>4</sub>) un placement de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (2<sub>3</sub>) dans une étuve à une température comprise entre 15 °C et 90 °C pendant une

20           durée  $t'$ .

Dans cette variante avantageuse, il est aussi bien envisageable de procéder à la mise en œuvre d'un unique cycle complémentaire que de plusieurs cycles complémentaires.

25           La mise en œuvre d'un ou plusieurs cycles complémentaires comprenant ces sous-étapes (2<sub>1</sub>) à (2<sub>4</sub>), permet de renouveler la composition de désassemblage en remplaçant la composition de désassemblage qui a déjà réagi lors de l'étape (2) par une composition de désassemblage selon l'invention qui n'a pas réagi et, par voie de conséquence, d'optimiser la dégradation par oxydation de la matrice polymère de la colle formant le joint et, partant, le désassemblage manuel des éléments de la

30           structure.

Les conditions de mise en œuvre décrites précédemment en lien avec les étapes (1) et (2) sont respectivement transposables à ces sous-étapes (2<sub>3</sub>) et (2<sub>4</sub>).

En particulier, lors de la sous-étape (2<sub>4</sub>), la température de l'étuve est avantageusement comprise entre 20 °C et 80 °C et, préférentiellement, comprise entre 40 °C et 75 °C et/ou la durée t' est avantageusement d'au plus 36 h et, préférentiellement, comprise entre 12 h et 24 h.

5 Comme cela est illustré dans les exemples, il est tout à fait possible de procéder, après la sous-étape (2<sub>2</sub>) consistant à éliminer la composition ayant déjà réagi et avant la sous-étape (2<sub>3</sub>) d'application de la composition de désassemblage selon l'invention, à un rinçage de la structure et, plus spécifiquement, de la surface résiduelle et accessible du joint de colle, par exemple avec de l'eau distillée, ce rinçage étant de  
10 préférence suivi d'un séchage qui peut être réalisé avec du papier absorbant.

Dans une variante avantageuse, le procédé de désassemblage selon l'invention peut, en outre, comprendre l'une et/ou l'autre des étapes (0), (0'), (4) et (5) suivantes, les étapes (0) et (0') étant mises en œuvre avant l'étape (1) et les étapes (4) et (5) étant mises en œuvre après l'étape (3) :

- 15 (0) un préchauffage de la composition de désassemblage à une température comprise entre 40 °C et 90 °C,  
(0') un refroidissement de la composition préchauffée à l'étape (0) à une température comprise entre 10 °C et 40 °C,  
(4) une séparation mécanique des éléments de la structure telle qu'obtenue  
20 à l'issue de l'étape (3), et  
(5) un nettoyage des éléments séparés.

La mise en œuvre d'une étape (0) consistant à préchauffer la composition de désassemblage selon l'invention avant de procéder à son application sur tout ou partie du joint augmente la concentration *in situ* de peracide, améliorant l'efficacité de la  
25 dégradation chimique de la matrice polymère de la colle formant le joint.

Comme cela est notamment illustré dans les exemples ci-après, cette étape (0) de préchauffage de la composition de désassemblage peut être suivie, ou non, d'une étape (0') de refroidissement de cette même composition, avant la mise en œuvre de l'étape (1) d'application.

30 On précise que la composition de désassemblage selon l'invention peut être stockée à température ambiante tout en conservant son efficacité.

Après l'étape (3), le procédé selon l'invention peut comprendre une étape (4) de séparation mécanique des éléments de la structure, notamment dans le cas où ces éléments ne se seraient pas désassemblés spontanément à l'issue de l'étape (3).

5 Cette étape (4) de séparation mécanique peut être réalisée par un mouvement de torsion ou de cisaillement des éléments l'un (ou les uns) par rapport à l'autre (ou les autres).

Le procédé de désassemblage selon l'invention peut également comprendre, à l'issue de l'étape (3) ou de l'étape (4), une étape (5) de nettoyage visant à éliminer d'éventuels résidus de colle et/ou de composition qui seraient encore présents sur les  
10 éléments séparés à l'issue de l'une ou l'autre de ces étapes (3) et (4) de manière à récupérer ces éléments intacts et propres.

Cette étape (5) de nettoyage peut être réalisée par un simple lavage, par voie mécanique, par exemple par grattage ou par ponçage de la surface des éléments comprenant ces résidus, ou par voie chimique, de manière à dégrader lesdits résidus.

15 Dans une variante avantageuse, l'étape (5) de nettoyage peut être réalisée par une mise en contact de ces éléments avec une composition liquide comprenant :

- un ou plusieurs carbonates organiques (a) choisis parmi les carbonates de dialkyle (a1) et les carbonates d'alkylène (a2),
- une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b), et
- 20 - un ou plusieurs acides organiques (c) choisis parmi les acides monocarboxyliques (c1) comprenant au moins 10 atomes de carbone et les acides polycarboxyliques (c2).

Pour ce qui concerne les caractéristiques des composés (a), (a1), (a2), (b), (c), (c1) et (c2) formant cette composition liquide mise en œuvre dans l'étape (5) du  
25 procédé selon l'invention, on pourra se référer aux caractéristiques décrites précédemment pour les composés (a), (a1), (a2), (b), (c), (c1) et (c2) présents dans la composition de désassemblage selon l'invention.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture des exemples qui suivent et qui se rapportent à la préparation d'une composition de  
30 désassemblage conforme à l'invention ainsi qu'à sa mise en œuvre pour désassembler des structures comprenant deux éléments solidarisés entre eux au moyen d'un joint de colle ou d'un mastic, ces éléments et colles étant formés par différents matériaux.

Il est précisé que ces exemples ne sont donnés qu'à titre d'illustration des objets de l'invention et ne constituent en aucun cas une limitation de ces objets.

### **BRÈVE DESCRIPTION DES FIGURES**

5 La figure 1 correspond à cinq clichés photographiques de l'évolution, au cours du temps, d'une même éprouvette provenant d'un lot d'éprouvettes comprenant deux lames de verre et un joint de colle 1.

La figure 2 correspond à quatre clichés photographiques de l'évolution, au cours du temps, d'une même éprouvette provenant d'un lot d'éprouvettes comprenant  
10 deux lames de verre et un joint de colle 2.

La figure 3 correspond à deux clichés photographiques d'une éprouvette provenant d'un lot d'éprouvettes comprenant deux plaques en aluminium anodisé et un joint de colle 1, après 24 h de test et après désassemblage.

La figure 4 correspond à un cliché photographique d'une éprouvette provenant  
15 d'un lot d'éprouvettes comprenant deux plaques en aluminium anodisé et un joint de colle 2, après désassemblage après 96 h (4 x 24 h) de test.

La figure 5 correspond à deux clichés photographiques d'une éprouvette provenant d'un lot d'éprouvettes comprenant deux plaques en aluminium anodisé et un joint de colle 3, avant la mise en œuvre du test et après désassemblage.

20 La figure 6 correspond à un cliché photographique d'une éprouvette provenant d'un lot d'éprouvettes comprenant deux plaques en aluminium anodisé et un joint de colle 3, après désassemblage après 24 h de test à température ambiante (~20°C).

### **EXPOSÉ DÉTAILLÉ DE MODES DE RÉALISATION PARTICULIERS**

#### **25 1. Préparation de la composition de désassemblage**

Les composés suivants ont été utilisés pour la préparation de la composition de désassemblage selon l'invention, notée C :

- en tant que réactif : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> étant utilisé à 30 % en masse dans l'eau) fourni par la société Merck
- 30 - en tant que solvant : carbonate de propylène (noté CP) fourni par la société Thermo Scientific
- en tant que catalyseur : acide citrique (noté AC) fourni par la société Merck

- en tant qu'agent gélifiant : Laponite RD® (notée Laponite) fournie par Evonik

La composition de désassemblage C a été préparée par mélange des proportions massiques des différents composés mentionnés dans le Tableau 1 ci-dessous.

Dans une première étape, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a été introduit dans un bécher puis soumis à une vive agitation grâce à un agitateur mécanique muni d'une tige d'agitation à lames croisées (à environ 750 tr/min). La Laponite a été ajoutée loin du vortex pour éviter la formation de grumeaux. Au fur et à mesure de l'introduction de la Laponite, la vitesse d'agitation a été augmentée jusqu'à atteindre environ 1000 tr/min. Une fois que le mélange a commencé à se figer, il a été ajouté quelques mL de carbonate de propylène afin de faciliter le mélange. 5 à 10 min après cet ajout de carbonate de propylène, le mélange s'est figé pour former une pâte blanche. À ce stade, l'agitateur mécanique a été arrêté. À l'aide d'une spatule métallique, la pâte a été décollée des lames, des parois et du fond du bécher. Quelques mL de carbonate de propylène ont alors été ajoutés dans le bécher avant de remettre le tout sous agitation. Une fois les blocs de pâte cassés et bien redispersés dans le mélange, le reste de carbonate de propylène a été introduit par petites fractions tout en augmentant progressivement la vitesse d'agitation jusqu'à atteindre une vitesse comprise entre 1850 tr/min et 2000 tr/min. Après 20 à 30 min d'agitation, le mélange s'est épaissi, laissant apparaître un vortex par intermittence. L'acide citrique a alors été ajouté en plein centre du vortex d'agitation. Le mélange a été laissé sous agitation pendant 20 à 25 min après l'ajout de l'acide citrique afin d'obtenir la composition de désassemblage C conforme à l'invention, cette composition C se présentant sous la forme d'un gel translucide homogène.

Composés	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	CP	AC	Laponite
Masse (g)	33,30	72,24	2,63	12,02
% m/m	27,70	60,08	2,22	10

Tableau 1

## 2. Protocole opératoire des tests de désassemblage

L'efficacité de la composition C selon l'invention a été évaluée selon le protocole de test décrit ci-après.

Pour ce faire, les tests ont été conduits sur des éprouvettes formées par deux  
5 lames de verre de 76 mm de longueur et de 25 mm de largeur. Ces lames de verre comprennent chacune une zone de préhension correspondant à une zone dépolie située au niveau d'une des extrémités de la lame de verre. Cette zone dépolie occupe la largeur de la lame et s'étend sur une longueur de 20 mm comptée à partir de l'extrémité de cette lame.

10 Pour obtenir des joints de colle qui soient les plus reproductibles possible, on a apposé trois bandes adhésives pour délimiter une surface S de 13x25 mm<sup>2</sup> localisée sur une portion de zone non dépolie d'une première lame. La deuxième lame a alors été positionnée perpendiculairement à la première lame de telle sorte qu'une portion de zone non dépolie de cette deuxième lame recouvre intégralement la surface S  
15 revêtue de colle de la première lame. Les structures ainsi obtenues ont ensuite été réticulées pour obtenir les éprouvettes qui ont été soumises aux tests de désassemblage.

La composition de désassemblage C selon l'invention préparée conformément au chapitre 1 a été prélevée et appliquée à l'aide d'une seringue sur l'intégralité du  
20 pourtour du joint de colle présent entre les deux lames de verre formant chacune des éprouvettes. Les éprouvettes ont ensuite été placées dans un récipient hermétiquement clos, puis chauffées dans une étuve portée à une température de 74 °C. Toutes les 24 h, les éprouvettes ont été retirées de l'étuve afin de réaliser un essai manuel de désassemblage des deux lames formant les éprouvettes.

25 Dans le cas où les éprouvettes ne s'étaient pas désassemblées sous l'effet de cette sollicitation manuelle, les résidus de composition présents sur le pourtour du joint des éprouvettes ont été éliminés puis les éprouvettes ont été rincées à l'eau distillée pour optimiser cette élimination des résidus pouvant être encore présents entre les deux lames de verre. Ces lames ont ensuite été séchées avec du papier absorbant, et  
30 du gel C préparé conformément au chapitre 1 a de nouveau été appliqué sur le pourtour du joint de colle des éprouvettes non désassemblées. Les éprouvettes ont alors été replacées dans l'étuve à 74 °C pour une nouvelle période de 24 h, étant

précisé que cette période de 24 h est renouvelée tant qu'un désassemblage des éprouvettes n'a pas été obtenu.

### 3. Résultats des tests de désassemblage

- 5 **3.1.** Des lots de 4 éprouvettes formées par des lames de verre solidarisiées entre elles au moyen d'un joint formé par l'une des colles et mastic suivants ont été testés selon le protocole détaillé au chapitre 2 ci-dessus :
- 10 - colle 1 : colle polyépoxy obtenue à partir d'éther diglycidylique de bisphénol A (DGEBA) et de diaminodiphénylméthane de *N,N,N',N'*-tétraglycidyle (TGDDM) comme prépolymères ainsi que de poly[oxy(méthyl-1,2-éthanediyl)],  $\alpha,\alpha',\alpha''$ -1,2,3-propanetriyltris[ $\omega$ -(2-amino-méthyléthoxy) comme durcisseur, commercialisée par la société Hexcel sous la dénomination HexBond Structil 9396
  - 15 - colle 2 : colle polyépoxy obtenue à partir d'éther diglycidylique de bisphénol A (DGEBA) et de 1,4-bis((2,3-époxypropoxy)méthyl)cyclohexane (EMCH) comme prépolymères ainsi que de 2-pipérazin-1-yléthylamine et de 3,3'-oxybis(éthylénoxy)bis(propylamine) comme durcisseurs, commercialisée par la société 3M sous la dénomination EA9323
  - 20 - colle 3 : colle polyépoxy obtenue à partir d'épichlorhydrine de bisphénol A et d'éther diglycidylique de 1,4-butanediol comme prépolymères ainsi que de 2-pipérazin-1-yléthylamine et de 3,3'-oxybis(éthylénoxy)bis(propylamine) comme durcisseurs, commercialisée sous la dénomination Araldite Rapid Huntsman
  - 25 - colle 4 : colle cyanoacrylate obtenue à partir de cyanoacrylate d'éthyle, commercialisée par Henkel sous la dénomination Loctite Superglue-3
  - 30 - colle 5 : colle polyépoxy obtenue à partir d'épichlorhydrine de bisphénol A et de résines époxydiques, commercialisée par Henkel sous la dénomination Loctite Power Epoxy Express
  - colle 6 : colle acrylate obtenue à partir de plusieurs monomères et macromonomères possédant des motifs acrylate tels que le diméthacrylate de triéthylène glycol, l'oxybis(méthyl-2,1-éthanediyl)

diacrylate et l'acide méthacrylique ainsi que d'hydroperoxyde de cumène comme amorceur radicalaire, commercialisée par Bostik sous la dénomination Sader

- colle 7 : colle silicone obtenue à partir de *N*-(3-(triméthoxysilyl)propyl)éthylènediamine comme macromonomère ainsi que de triméthoxyvinylsilane comme agent de réticulation, commercialisée par Henkel sous la dénomination Pattex Repair Extreme
- mastic 8 : mastic polyuréthane (PU) obtenu à partir d'un homopolymère de 1,6-diisocyanate d'hexaméthylène ainsi que de 1,6-héxanedialdimine et d'isophoronedialdimine comme durcisseurs, commercialisée par Sika France sous la dénomination Sikaflex-11 FC®

Les clichés A1 et A2 de la figure 1 correspondent à ceux d'une éprouvette provenant du lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 1 après un maintien de 24 h dans l'étuve ( $t_0 + 24$  h), avant élimination des résidus de composition (cliché A1) et après élimination de ces résidus (cliché A2). Les clichés B, C et D de la figure 1 correspondent respectivement à cette même éprouvette à  $t_0 + 48$  h, à  $t_0 + 72$  h et à  $t_0 + 96$  h de placement dans l'étuve à 74 °C. On observe que les contours du joint de colle 1 se colorent en orange, traduisant l'attaque chimique de la colle 1 dudit joint par la composition C. De plus, au fur et à mesure que le temps défile, une nette diminution de la surface du joint de colle 1 peut être notée jusqu'au désassemblage de l'éprouvette (cliché D). Les joints de colle ont été désagrégés par la composition de désassemblage C. La séparation s'est effectuée manuellement grâce à un mouvement de torsion au bout de 4 jours en moyenne sur l'ensemble du lot d'éprouvettes.

Les clichés A1 et A2 de la figure 2 correspondent à ceux d'une éprouvette provenant du lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 2 après un maintien de 24 h dans l'étuve ( $t_0 + 24$  h), avant élimination des résidus de dégradation (cliché A1) et après élimination de ces résidus (cliché A2). Les clichés B et C de la figure 2 correspondent respectivement à cette même éprouvette à  $t_0 + 48$  h et à  $t_0 + 72$  h de placement dans l'étuve à 74 °C. Bien que l'on n'observe pas une diminution de la surface de joint de colle 2, on a constaté que ce joint s'est ramolli et que l'éprouvette a pu être désassemblée au terme de 4 j en moyenne sur l'ensemble du lot d'éprouvettes grâce à un léger mouvement de cisaillement (cliché C).

Les tests conduits avec le lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 3 ont montré qu'au contact de la composition C, les joints de colle 3 ont gondolé, provoquant le désassemblage spontané (sans sollicitation manuelle) du lot d'éprouvettes au bout de 1,5 j en moyenne.

5 Les tests conduits avec le lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 4 ont montré qu'au contact de la composition C, les joints de colle 4 se sont désagrégés permettant le désassemblage du lot d'éprouvettes au bout de 1,25 j en moyenne grâce à un léger mouvement de cisaillement.

10 Les tests conduits avec le lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 5 ont montré qu'au contact de la composition C, les joints de colle 5 ont légèrement gondolé, provoquant le désassemblage spontané (sans sollicitation manuelle) du lot d'éprouvettes au bout de 2 j en moyenne.

15 Les tests conduits avec le lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 6 ont montré qu'au contact de la composition C, les joints de colle 6 se sont désagrégés permettant le désassemblage du lot d'éprouvettes au bout de 1,25 j en moyenne grâce à l'application d'un léger mouvement de torsion.

20 Les tests conduits avec le lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 7 ont montré qu'au contact de la composition C, les joints de colle 7 se sont désagrégés permettant le désassemblage du lot d'éprouvettes au bout de 2 j en moyenne grâce à l'application d'un léger mouvement de torsion.

25 Les tests conduits avec le lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par le mastic 8 ont montré que les joints de mastic 8 se sont ramollis au contact de la composition C pour présenter une structure caoutchoutique permettant le désassemblage du lot d'éprouvettes au bout de 1,5 j en moyenne grâce à des mouvements de cisaillement latéraux.

Le Tableau 2 ci-dessous résume les données statistiques relatives à la préparation des lots d'éprouvettes (masse  $m$  (en mg) et épaisseur  $e$  (en  $\mu\text{m}$ ) des joints de colle ainsi que les écarts-types correspondants  $\sigma_m$  et  $\sigma_e$ ) ainsi que les durées (en h et en j) au terme desquelles le désassemblage des éprouvettes a été obtenu.

Colle/Mastic	1	2	3	4	5	6	7	8
Précurseur polymère	époxy	époxy	époxy	cyanoacrylate	époxy	acrylate	silicone	PU
M (mg)	24	38	76	30	44	6	23	60
$\sigma_m$ (mg)	4	9	10	13	9	3	4	17
e ( $\mu\text{m}$ )	39	94	133	38	88	4	43	130
$\sigma_e$ (m)	20	16	10	41	29	2	10	31
Durée (h)	96	96	36	30	48	30	48	36
Durée (j)	4	4	1,5	1,25	2	1,25	2	1,5

Tableau 2

**3.2.** Un test complémentaire de désassemblage a été conduit sur un lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 1 avec la composition de désassemblage C.

5 Toutefois, avant de mettre en œuvre le protocole opératoire du test de désassemblage décrit au chapitre 2 ci-dessus, la composition de désassemblage C selon l'invention a été préchauffée à 74 °C pendant 8 h avant d'être ramenée à la température ambiante (typiquement 20 °C) en vue de son application sur l'intégralité du pourtour du joint de colle 1 des éprouvettes du lot.

10 On a observé que l'application d'une telle composition C préchauffée puis refroidie à la température ambiante a permis un désassemblage des éprouvettes au bout de 3,25 j en moyenne contre 4 j lorsque cette composition C n'a pas été préchauffée.

15 Ce test complémentaire met donc en évidence qu'une étape de préchauffage de la composition de désassemblage selon l'invention permet d'optimiser l'efficacité du procédé de désassemblage selon l'invention.

**3.3.** Des lots de 4 éprouvettes formées par deux plaques en aluminium anodisé (et non plus en verre) de 30 mm de longueur et de 20 mm de largeur solidarisées entre elles au moyen d'un joint de colle formée par l'une des colles 1, 2 et 3 ont été  
20 préparées. Pour obtenir des joints de colle qui soient les plus reproductibles possible,

trois bandes adhésives ont été apposées pour délimiter une surface S' de 16x20 mm<sup>2</sup>. Ces éprouvettes ont été testées selon le protocole détaillé au chapitre 2 ci-dessus avec la composition de désassemblage C selon l'invention, étant précisé que la température de l'étuve a été réglée et maintenue à 74 °C.

5 Un premier lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 1 et sur lequel est appliquée la composition C a été placé dans l'étuve à 74 °C pendant 24 h. À l'issue de ces 24 h (cliché de gauche de la figure 3), les éprouvettes ont pu être désassemblées manuellement, grâce à un mouvement de torsion. Comme le montre le cliché de droite de la figure 3, il reste des résidus de colle 1 sur les plaques en  
10 aluminium après leur désassemblage. Ces résidus ont toutefois pu être éliminés en plaçant, pendant une nuit, les plaques en aluminium anodisé dans une solution liquide comprenant du peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, du carbonate de propylène et de l'acide citrique.

Un deuxième lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 2 et sur  
15 lequel est appliquée la composition C a été placé dans l'étuve à 74 °C pendant une première période de 24 h. Le désassemblage des éprouvettes a pu être réalisé manuellement, au terme de 4 j en moyenne grâce à un mouvement de torsion. Comme le montre le cliché de la figure 4, au terme des 4 périodes de 24 h, il reste encore des résidus de colle 2 sur les plaques en aluminium après leur désassemblage. Ces  
20 résidus ont toutefois pu être éliminés en grattant puis en plaçant, pendant une nuit, les plaques en aluminium anodisé dans une solution liquide comprenant du peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, du carbonate de propylène et de l'acide citrique.

Un troisième lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 3 et sur lequel a été appliquée la composition C (cliché de gauche de la figure 5) a été placé  
25 dans l'étuve à 74 °C pendant 24 h. À l'issue de ces 24 h, un désassemblage spontané des plaques en aluminium anodisé est constaté. On a pu observer que le film de colle s'est désolidarisé des deux plaques métalliques et que ces dernières ne présentent aucun résidu au niveau de la surface S' précédemment collée, comme le montre le cliché de droite de la figure 5.

30

**3.4.** Un test complémentaire de désassemblage a été conduit sur un quatrième lot d'éprouvettes comprenant un joint formé par la colle 3 avec la composition de désassemblage C selon l'invention.

Toutefois, avant de mettre en œuvre un protocole opératoire de test de désassemblage similaire au protocole opératoire décrit au chapitre 2 ci-dessus, la composition de désassemblage C selon l'invention a été préchauffée à 70 °C pendant 72 h puis appliquée à la température ambiante (environ 20 °C) sur l'intégralité du pourtour du joint de colle 3 des éprouvettes du quatrième lot. Les éprouvettes ont ensuite été placées dans une enceinte close hermétiquement, pendant 24 h, dans une salle climatisée à une température de 22 °C ± 1 °C. Le désassemblage des éprouvettes a pu être effectué au terme de ces 24 h grâce à un mouvement de torsion manuel. Comme on peut le voir sur le cliché de la figure 6, il est toutefois resté quelques résidus de composition qui ont pu être éliminés en plaçant, pendant une nuit, les plaques en aluminium anodisé dans une solution liquide comprenant du peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, du carbonate de propylène et de l'acide citrique.

Ce test complémentaire montre que le procédé selon l'invention peut tout à fait être mis en œuvre à la température ambiante au moyen de la composition de désassemblage C appliquée à chaud, typiquement à une température de l'ordre de 70 °C.

## Revendications

1. Composition de désassemblage comprenant :

- un ou plusieurs carbonates organiques (a) choisis parmi les carbonates de dialkyle (a1) et les carbonates d'alkylène (a2),
- une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b),
- un ou plusieurs acides organiques (c) choisis parmi les acides monocarboxyliques (c1) comprenant au moins 10 atomes de carbone et les acides polycarboxyliques (c2), et
- un ou plusieurs agents gélifiants (d).

2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle le ou les agents gélifiants (d) sont des composés distincts du ou des acides organiques (c).

3. Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle le ou les carbonates de dialkyle (a1) sont choisis parmi le carbonate de diméthyle et le carbonate de diéthyle et/ou le ou les carbonates d'alkylène (a2) sont choisis parmi le carbonate d'éthylène et le carbonate de propylène, le carbonate d'alkylène (a2) étant avantageusement le carbonate de propylène.

4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans laquelle le ou les acides polycarboxyliques (c2) sont choisis parmi les acides dicarboxyliques tels que l'acide tartrique, et les acides tricarboxyliques tels que l'acide citrique.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle le ou les agents gélifiants (d) sont choisis parmi les phyllosilicates, notamment les argiles, les poly(éther vinyliques) linéaires et les silices pyrogénées, l'agent gélifiant (d) étant préférentiellement de la laponite.

6. Composition selon la revendication 5, laquelle comprend :

- du carbonate de propylène (a2),
- une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b),

- de l'acide citrique (c2), et
- de la laponite (d).

5 7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans laquelle la proportion massique d'agent(s) gélifiant(s) est en quantité suffisante pour que la composition présente une viscosité à 20 °C d'au moins 1000 mPa.s et, de préférence, comprise entre 1200 mPa.s et 2500 mPa.s.

10 8. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans laquelle la proportion massique des composés (a), (b), (c) et (d) dans la composition est la suivante :

- de 40 % mass à 70 % mass en carbonate(s) organique(s) (a),
- de 20 % mass à 60 % mass en solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b),
- 15 - de 0,5 % mass à 3 % mass en acide(s) organique(s) (c), et
- de 5 % mass à 15 % mass en agent(s) gélifiant(s) (d).

20 9. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans laquelle la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b) comprend une proportion massique d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pur comprise entre 20 % mass et 40 % mass.

25 10. Utilisation de la composition de désassemblage selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour le désassemblage d'une structure comprenant au moins deux éléments solidarisés entre eux au moyen d'un joint de colle ou d'un mastic.

11. Procédé de désassemblage d'une structure comprenant au moins deux éléments solidarisés entre eux au moyen d'un joint de colle ou d'un mastic, ledit procédé comprenant les étapes successives (1) à (3) suivantes :

- 30 (1) une application, sur tout ou partie du joint de colle ou du mastic, d'une composition de désassemblage selon l'une quelconque des revendications 1 à 9,

- (2) un placement de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (1) dans une étuve à une température comprise entre 15 °C et 90 °C pendant une durée t, et
- (3) un retrait de l'étuve de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (2).

5

12. Procédé selon la revendication 11, comprenant, en outre, après l'étape (2) et avant l'étape (3), au moins un cycle complémentaire comprenant les sous-étapes (2<sub>1</sub>) à (2<sub>4</sub>) successives suivantes :

- (2<sub>1</sub>) un retrait de l'étuve de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (2),
- (2<sub>2</sub>) une élimination des résidus de composition présents sur le joint de colle,
- (2<sub>3</sub>) une application, sur tout ou partie du joint de colle, de la composition de désassemblage selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, et
- (2<sub>4</sub>) un placement de la structure telle qu'obtenue à l'issue de l'étape (2<sub>3</sub>) dans une étuve à une température comprise entre 15 °C et 90 °C pendant une durée t'.

10

15

20

13. Procédé selon la revendication 11 ou 12, dans lequel, dans l'étape (2) et, le cas échéant, dans la sous-étape (2<sub>4</sub>), la température de l'étuve est comprise entre 20 °C et 80 °C et, préférentiellement, entre 40 °C et 75 °C.

25

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 13, dans lequel la durée t de l'étape (2) est d'au moins 12 h et, préférentiellement, comprise entre 24 h et 96 h.

30

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 12 à 14, dans lequel la durée de l'étape t' est d'au plus 36 h et, préférentiellement, comprise entre 12 h et 24 h.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 15, comprenant, en outre, l'une et/ou l'autre des étapes (0), (0'), (4) et (5) suivantes, les étapes (0) et (0') étant mises en œuvre avant l'étape (1) et les étapes (4) et (5) étant mises en œuvre après l'étape (3) :

- 5
- (0) un préchauffage de la composition de désassemblage, à une température comprise entre 40 °C et 90 °C,
  - (0') un refroidissement de la composition préchauffée à l'étape (0) à une température comprise entre 10 °C et 40 °C,
  - (4) une séparation mécanique des éléments de la structure telle

10 qu'obtenue à l'issue de l'étape (3), et

  - (5) un nettoyage des éléments séparés, avantageusement réalisé par une mise en contact de ces éléments avec une composition liquide comprenant :
- un ou plusieurs carbonates organiques (a) choisis parmi les

15 carbonates de dialkyle (a1) et les carbonates d'alkylène (a2),

  - une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (b), et
  - un ou plusieurs acides organiques (c) choisis parmi les acides monocarboxyliques (c1) comprenant au moins 10

20 atomes de carbone et les acides polycarboxyliques (c2).

20

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 16 ou utilisation selon la revendication 10, dans lequel la colle formant le joint est choisie dans le groupe constitué par une colle polyépoxy, une colle poly(acrylate), une colle poly(cyanoacrylate), une colle ou un mastic poly(uréthane), une colle poly(siloxane) et

25 une colle urée formol.

18. Procédé ou utilisation selon la revendication 17, dans lequel chacun des éléments de la structure est formé par un matériau insensible à la composition de désassemblage choisi dans le groupe constitué par du verre, un matériau métallique,

30 un matériau céramique et un matériau polymère, ledit matériau polymère étant obtenu à partir d'une résine thermoplastique ou thermodurcissable, ce matériau polymère pouvant comprendre, en outre, des renforts.

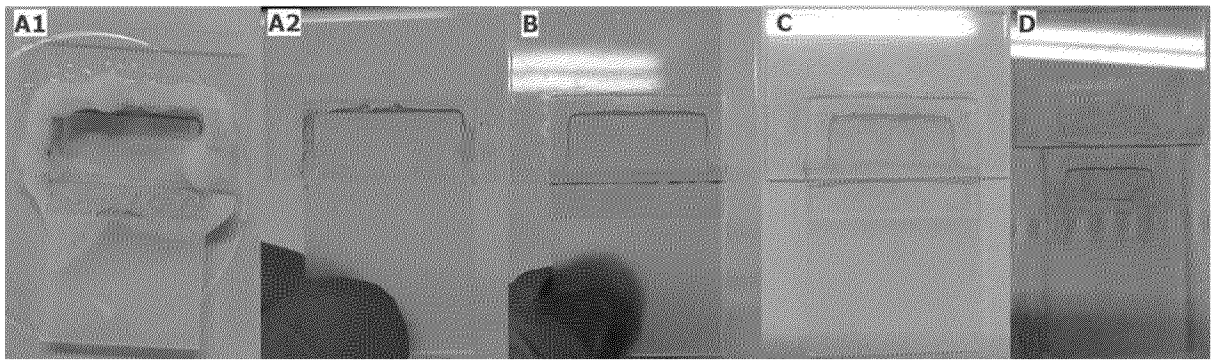


FIG.1

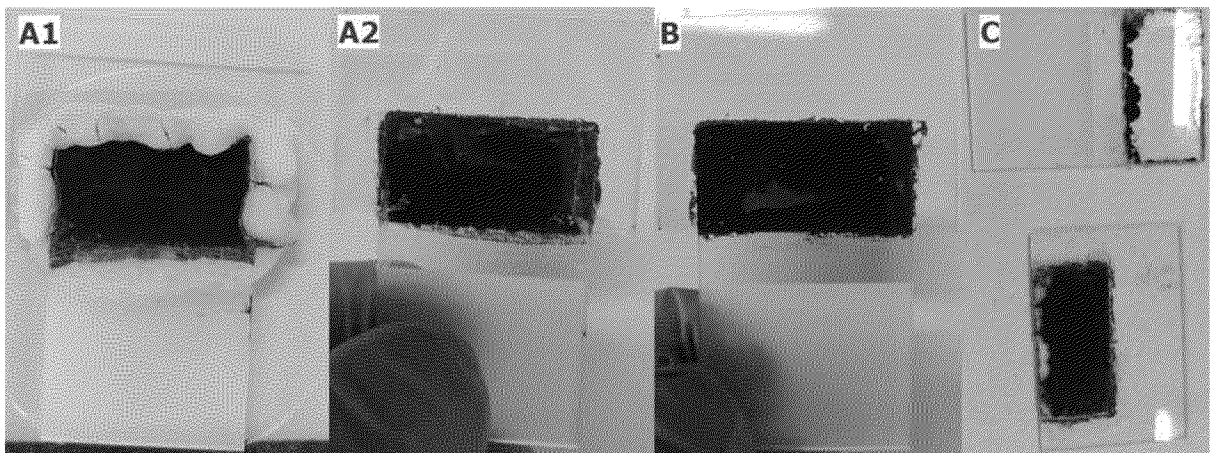


FIG.2

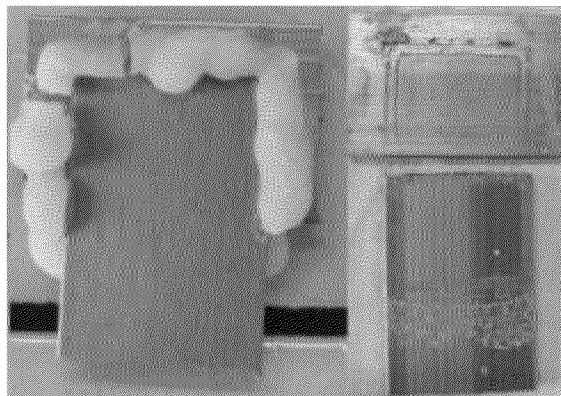


FIG.3

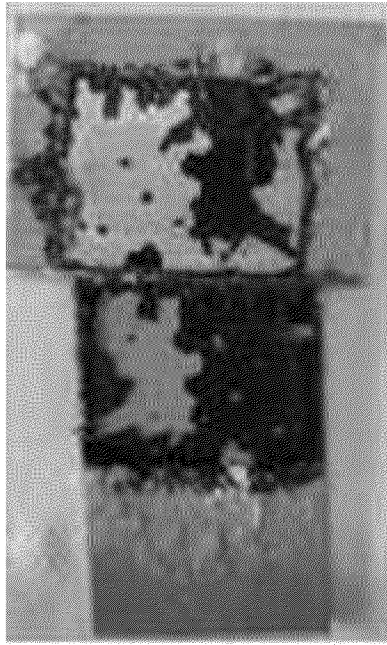


FIG.4

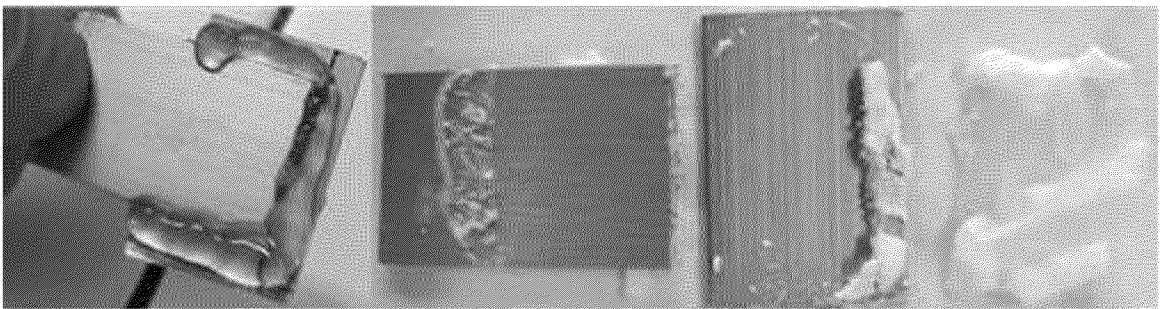


FIG.5

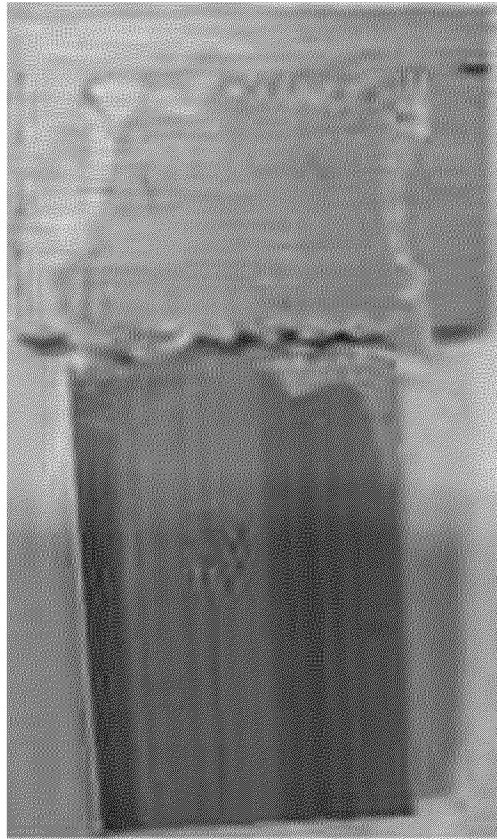


FIG.6