

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 20508

(54) Procédé d'assemblage de surfaces conjuguées et assemblages obtenus par ledit procédé.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 09 J 5/04; 3/14; C 08 L 33/08; 69/00; 33/10; 33/26;
C 08 K 5/14; 3/36; F 16 B 11/00.

(22) Date de dépôt..... 24 septembre 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 12 du 26-3-1982.

(71) Déposant : POPOVA G. L., GAVRJUSHENKO N. S., VOROBIEVA L. A., STOLYAR A. D.,
DROZDOVA G. P., SHASHKOVA V. T., KRUKOVSKAYA N. I. et BORODKIN A. A.,
résidant en URSS.

(72) Invention de : G. L. Popova, N. S. Gavryushenko, L. A. Vorobieva, A. D. Stolyar, G. P. Drozdova,
V. T. Shashkova, N. I. Krukovskaya et A. A. Borodkin.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein,
20, av. de Friedland, 75008 Paris.

La présente invention concerne l'assemblage de pièces au moyen de compositions polymérisables qui durcissent à l'abri de l'oxygène de l'air, et a notamment pour objet un procédé d'assemblage de surfaces
5 conjuguées au moyen de compositions polymérisables qui durcissent à l'abri de l'oxygène de l'air.

L'invention trouve de larges applications dans les constructions aéronautiques, les constructions automobiles, les constructions navales, l'industrie des
10 machines agricoles, pour le freinage ou blocage et l'étanchement des assemblages filetés, cylindriques et des assemblages par brides qui fonctionnent à des températures de -60°C à $+150^{\circ}\text{C}$ dans des conditions de vibrations et en présence de pressions excédentaires
15 ou normales, ainsi que sous vide.

On connaît largement l'usage, dans les assemblages filetés étanches, de compositions qui contiennent à titre de base polymérisable des diméthacrylates de divers glycols et bis-phénols d'un haut degré de
20 pureté, appelés polyesteracrylates.

Toutefois, la préparation de composés de ce genre et surtout leur purification ultérieure sont des processus exigeant une très grande quantité d'énergie et de matériaux, ce qui entraîne un accroissement du
25 prix de revient des polyesteracrylates et, par conséquent, des compositions qui en dérivent (A.A. Berline et alia, "Les polyesteracrylates", Editions "Naouka", Moscou, 1967).

La création de nouveaux oligomères polymérisables, les oligocarbonate-(méth)acrylates (cf. le certificat
30 d'auteur URSS N° 215 497. Bulletin "Otkrytiya, izobreteniya ...", N° 32, 1971 ; brevet Etats-Unis d'Amérique N° 3 716 571) qui se distinguent des polyesteracrylates par la simplicité de leur préparation, leur haute
35 résistance mécanique et leur prix de revient relativement bas, a permis de créer une nouvelle voie pour l'assemblage

de surfaces conjuguées au moyen de compositions polymérisables.

Dans le certificat d'auteur URSS N° 517 210, Bulletin "Otkrytiya, izobreteniya", N° 21, 1976) on trouve la description d'un assemblage de surfaces conjuguées au moyen d'une composition polymérisable qui contient : 1-3 à 100 parties en poids d'un mélange de bis (méthacryloxyéthylène-carbonate) tétraéthylèneglycole et de bis(méthacryloxyéthylène-carbonate) diphénylolpropane, 0,5 à 1,0 partie en poids de peroxyde de benzoyle, 0,03 à 0,05 partie en poids de ferrocène, 0,03 partie en poids d'un inhibiteur tel que le bis (méthyl-5 tertibutyl-3 oxy-2 phényl) -méthane.

On applique séparément sur chacune des surfaces à assembler, le peroxyde de benzoyle et le ferrocène dissous dans le mélange précité d'oligocarbonates, après quoi on met les surfaces en contact.

La viabilité de ladite composition dépend de la durée de conservation de la solution contenant le peroxyde de benzoyle et est de six mois à la température de 20°C, ce qui ne permet pas de créer des réserves suffisantes de cette composition dans les conditions industrielles.

Lorsqu'on met en contact les surfaces sur lesquelles on a appliqué des solutions contenant le peroxyde de benzoyle et le ferrocène dans l'oligomère, il se forme au joint de l'assemblage un polymère solide qui permet d'obtenir un contact à 100 % grâce au remplissage de toutes les aspérités des surfaces conjuguées. Ce polymère garantit une haute stabilité de l'assemblage fileté vis-à-vis des vibrations et des pressions élevées.

Toutefois il se forme alors un assemblage si solide qu'il devient impossible de le démonter en cas de besoin. Pour cette raison, la mise en oeuvre de la composition décrite est limitée uniquement aux cas où il importe de réaliser des assemblages indémontables.

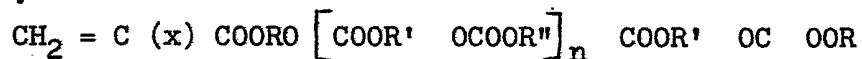
Or, en pratique, de pair avec des assemblages indémontables il importe fréquemment de réaliser des assemblages démontables.

Une caractéristique importante de la composition
 5 est le temps nécessaire à son durcissement, c'est-à-dire le temps à l'expiration duquel il est impossible de déplacer l'une des pièces conjuguées par rapport à l'autre. Une réduction du temps de durcissement permet de réduire le temps pendant lequel les pièces assemblées
 10 doivent être abandonnées avant l'opération suivante.

Le temps de durcissement de cette composition est de 0,25 à 0,5 heure.

On connaît d'autre part un procédé d'assemblage de surfaces conjuguées, qui consiste à appliquer sur
 15 l'une desdites surfaces une composition contenant 98 parties en poids d'un oligomère à groupements acryles terminaux polymérisables, 0,02 à 0,03 partie en poids d'inhibiteurs, 2,0 parties en poids de plastifiant et un accélérateur de décomposition de l'amorceur,
 20 tandis que l'autre surface conjuguée reçoit une composition contenant 0,025 à 0,5 partie en poids d'un amorceur de polymérisation, après quoi on met en contact les surfaces conjuguées (brevet Etats-Unis d'Amérique N° 4 076 742).

25 A titre d'oligomères on utilise des esters insaturés d'acide acrylique répondant à la formule générale :



30 $\text{OCOC} (\text{x}) = \text{CH}_2$,
 dans laquelle :

x désigne -H, -CH₃ ou un halogène,
 R désigne un résidu de glycol ou de bis-phénol,
 R' désigne un résidu de glycol ou de bis-phénol
 35 ou de polyol.
 R'' désigne un alcoyle ou un aryle,

n est 0 ou un nombre supérieur ou égal à l'unité.
On utilise à titre d'inhibiteur le bis-(méthyl-5
tertio-butyl-3 oxy-2 phényl)-méthane.

On emploie comme amorceur de polymérisation le
5 peroxyde de benzoyle ;

on prend comme accélérateur de désintégration
de l'amorceur le ferrocène ;

on utilise comme plastifiant le méthacrylate
d'octyle.

10 Toute composition est caractérisée par ses propriétés
physico-mécaniques, sa viabilité et sa durée de
durcissement.

Pour la plupart des compositions, les propriétés
physico-mécaniques sont caractérisées par le couple
15 de frottement mesuré en kg/cm lors du dévissage d'un
écrou.

Le couple de frottement maximal mesuré pour la
composition décrite ci-dessus est de 550 à 650 kg/cm,
ce qui ne permet pas d'effectuer le démontage des
20 assemblages.

On entend par viabilité la durée de conservation
de la composition décrite ci-dessus en présence
d'oxygène de l'air sous emballage de polyéthylène à
la température de 20°C. Pour la composition connue,
25 cette durée est de 6 mois, ce qui en complique le
magasinage.

Le temps de durcissement de ladite composition
se chiffre par 1 à 5 minutes. Le procédé connu d'assem-
blage ne permet pas de l'utiliser dans les cas où il
30 importe d'effectuer un démontage subséquent des pièces
réunies.

On s'est donc proposé de créer un procédé
d'assemblage de surfaces conjuguées qui utiliserait
une composition polymérisable permettant le démontage
35 des pièces assemblées.

La solution à ce problème consiste à enduire l'une

des surfaces conjuguées, que l'on se propose d'assembler, d'une composition comprenant un oligocarbonate-acrylate, du bis-(méthyl-5 tertio-butyl-3 oxy-2 phényl)-méthane et du ferrocène, à enduire l'autre surface d'une
5 composition comprenant du peroxyde de benzoyle, à mettre ensuite en contact les surfaces conjuguées, étant entendu, suivant l'invention, que l'on applique d'abord sur une surface conjuguée une composition constituée de peroxyde de benzoyle, d'un copolymère de méthacrylate
10 de butyle et d'amide d'acide méthacrylique et d'un solvant organique, et on maintient ladite composition pendant un laps de temps suffisant pour éliminer le solvant organique, après quoi on applique sur la surface conjuguée une composition constituée d'un
15 oligocarbonate-acrylate, de bis-(méthyl-5 tertio-butyl-3 oxy-2 phényl)-méthane, de ferrocène, de silice connue sous la dénomination commerciale "Aérosil" ou d'un mélange d'Aérosil et d'amiante.

La viabilité des deux compositions est d'au
20 moins 1 an et les assemblages filetés obtenus au moyen de la composition proposée présentent un haut degré d'étanchéité allant jusqu'à 550 kg/cm^2 , et une forte stabilité aux charges vibrantes de 20 à 2000 hz et aux surcharges jusqu'à 50 g, tout en permettant de
25 régler le couple moteur maximal entre 100 et 500 kg/cm.

D'autres genres d'assemblages (cylindriques et par brides) font également preuve de hautes performances au cisaillement et à l'étanchéité sur des simulateurs spécialement confectionnés en acier, en alliages
30 d'aluminium et de magnésium.

Pour obtenir l'effet voulu, il est avantageux, suivant la présente invention, d'utiliser une composition comprenant 0,125 à 0,4 partie en poids de peroxyde de benzoyle, 0,6 à 16,0 parties en poids de
35 copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique, 100 parties en poids d'un solvant

organique, et une composition constituée de 100 parties en poids d'oligocarbonate-acrylate, 0,03 à 0,12 partie en poids de bis(méthyl-5 tertio-butyl-3 oxy-2 phényl)méthane, 0,0025 à 0,15 partie en poids de ferrocène, 1,0 à 7,0 parties en poids d'Aérosil ou d'un mélange d'Aérosil et d'amiante.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention seront mieux compris à la lecture de la description, qui va suivre, de différents modes non limitatifs de mise en oeuvre du procédé d'assemblage de surfaces conjuguées conforme à l'invention.

Pour assembler des surfaces conjuguées, notamment celles de pièces filetées ou de surfaces cylindriques, l'invention propose l'utilisation d'une composition filmogène à base d'oligocarbonate-acrylates polymérisables, notamment à base de bis-(méthacryloxyéthylènegarbonate)-diéthylène-glycol ou de bis-(méthacryloxyéthylènegarbonate)-tétraéthylène-glycol, ou de bis-(méthacryloxyéthylènegarbonate)-diphénylpropane, ou d'un mélange de ces oligomères.

A titre de composants du système amorceur, la composition revendiquée contient du peroxyde de benzoyle et du ferrocène, étant donné que lesdits composés sont stables au stockage.

Toutefois, à cause de leur réactivité extrêmement élevée, ces composés ne peuvent pas être présents dans une même solution. Pour cette raison, la composition contenant du peroxyde de benzoyle et du ferrocène doit se composer de deux solutions, dont l'une doit contenir le peroxyde de benzoyle, et l'autre, le ferrocène.

Les expériences effectuées ont permis d'établir que l'introduction du peroxyde de benzoyle dans l'oligomère entraîne une polymérisation prématurée de la composition au cours de son stockage, due aux radicaux du peroxyde de benzoyle qui se décompose spontanément, ce qui réduit sensiblement la viabilité de la composition

(environ 6 mois).

Il a été établi notamment que le peroxyde de benzoyle peut être conservé au sein d'un solvant pendant un temps prolongé (au moins un an). La solution
5 de ferrocène dans l'oligomère précité peut se conserver à la température ambiante pendant plusieurs années.

Le peroxyde de benzoyle est soluble dans l'acétone, le xylène, l'acétate de butyle ou le chloroforme. On applique le peroxyde de benzoyle en solution sur
10 l'une ou sur les deux surfaces conjuguées, en trempant la pièce dans la solution ou en appliquant la solution par pulvérisation. Après évaporation de la solution il reste sur la surface une mince couche de peroxyde de benzoyle pulvérulent. En cas d'application, sur
15 une telle surface, d'une solution de ferrocène dans l'oligomère, il se produit une interaction du peroxyde de benzoyle avec le ferrocène, qui conduit à la formation de radicaux libres. Ces radicaux libres agissent sur les doubles liaisons des esters et provoquent un
20 processus de polymérisation.

En cas d'application, sur la surface conjuguée de peroxyde de benzoyle au sein d'un solvant organique, on constate un inconvénient qui consiste en ce qui suit : la mince couche de peroxyde de benzoyle pulvérulent se
25 sépare facilement de la surface, et il existe un risque de séparation complète de ladite couche au cours du transport des pièces.

Pour fixer le peroxyde de benzoyle à la surface d'une pièce, les auteurs de l'invention proposent de
30 mettre en oeuvre une solution de peroxyde de benzoyle contenant, en plus du peroxyde de benzoyle, un copolymère d'amide d'acide méthacrylique et d'acrylate de butyle, de sorte que, après évaporation du solvant, il se forme à la surface de la pièce un mince film de polymère
35 saturé de peroxyde de benzoyle qui est solidement retenu à la surface de la pièce.

Les recherches effectuées ont permis de constater que l'introduction dudit copolymère facilite la séparation (démontage) des assemblages obtenus, étant donné que la résistance de cohésion du copolymère est inférieure à la résistance de cohésion du polymère qui se forme à partir de l'oligocarbonate-acrylate. Par exemple, le dévissage des pièces filetées, entraîne une destruction du joint au niveau du film de copolymère.

L'épaisseur du film à la surface varie suivant la concentration en copolymère de la solution et cela exerce une influence marquée sur la résistance de l'assemblage (de 100 à 500 kg/cm).

Au cours des études il a été établi que le peroxyde de benzoyle dans le film conserve ses caractéristiques pendant un long intervalle de temps (au moins un an). Cela permet d'appliquer sur les surfaces conjuguées la solution de peroxyde de benzoyle en association avec le copolymère bien avant le début de l'assemblage des pièces.

Il a été établi que le mélange optimal de solvants est celui constitué d'acétone, d'acétate de butyle et de xylène dans des rapports de 30 : 30 : 40 parties en volumes. Si l'on veut diminuer les risques d'incendie, on peut utiliser comme solvant le chloroforme.

Les propriétés décrites dans ce qui précède sont obtenues lorsqu'on introduit, pour 100 parties en volume de solvant (ou d'un mélange de solvants) 0,125 à 4 parties en poids de peroxyde de benzoyle. En effet, des concentrations inférieures de peroxyde de benzoyle ne permettent pas d'atteindre les vitesses de polymérisation voulues après une conservation de longue durée des pièces traitées, tandis que des concentrations plus élevées de peroxyde de benzoyle conduisent à une vitesse de polymérisation qui rend difficile l'obtention de l'assemblage.

La quantité de copolymère d'acrylate de butyle

et de méthacrylamide est comprise entre 0,6 et 16 parties en poids pour 100 parties en volume de solvant.

En effet, des quantités inférieures de copolymères conduisent à l'obtention d'un film non uniforme, tandis que des quantités supérieures à 16 parties en poids entraînent une augmentation rapide de la viscosité de la solution, entravent son application sur la surface conjuguée et prolongent la durée d'évaporation du solvant

La quantité de ferrocène introduite pour 100 parties en poids d'oligocarbonate-acrylate est comprise entre 0,0025 et 0,15 partie en poids. En effet, des concentrations inférieures de ferrocène conduisent à une baisse rapide de la résistance mécanique de l'assemblage des pièces, tandis que des concentrations supérieures n'améliorent pas les propriétés de la composition.

Dans la pratique des constructions mécaniques, pour assembler des pièces avec un jeu variable il est indispensable d'avoir des compositions de différente viscosité. Il convient en même temps de tenir compte que la viscosité ne doit pas entraver le remplissage des jeux et qu'elle doit en même temps prévenir l'échappement de ladite composition desdits jeux.

Pour cela, on introduit dans l'oligomère des charges inorganiques telles que l'Aérosil ou un mélange d'Aérosil et d'amiante (rapport 1:1) à raison de 1 à 7 parties en poids pour 100 parties en poids d'oligomères.

Des concentrations de charges inorganiques supérieures à 7% conduisent en effet à une perte de fluidité de la composition et à l'impossibilité de l'utiliser à des fins d'étanchéification.

Suivant la présente invention, outre l'oligomère, le ferrocène et la charge inorganique précités, la composition contient 0,03 à 0,09 partie en poids d'un inhibiteur tel que le bis-(méthyl-5 tertio-butyl-3 oxy-2

phényl)-méthane.

Pour réunir des surfaces conjuguées, notamment celles d'assemblages filetés, cylindriques, à brides, on applique sur l'une des surfaces conjuguées par
5 n'importe quel procédé commode, une composition comprenant du peroxyde de benzoyle, un copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique, et on abandonne à l'air sous une hotte à une température de 20 à 25°C pendant un laps de temps suffisant pour
10 éliminer le solvant organique, par exemple pendant 30 minutes, après quoi il se forme à la surface un film dans lequel le peroxyde de benzoyle est distribué uniformément et qui le retient solidement.

Une pièce traitée de la sorte peut être stockée
15 jusqu'à son utilisation pendant un an.

Immédiatement avant leur mise en contact, on applique sur l'une des surfaces conjuguées, soit celle portant déjà le film contenant le peroxyde de benzoyle, soit sur la seconde surface conjuguée, une composition
20 comprenant un oligomère, un inhibiteur, du ferrocène, de l'Aérosil ou un mélange d'Aérosil et d'amiante.

On met en contact les surfaces conjuguées et on les maintient à la température ambiante pendant environ 24 heures, après quoi on les soumet aux essais.

25 L'étude des variations des caractéristiques physico-mécaniques des compositions en fonction de leurs teneurs en composants se fait sur des couples filetés constitués d'une vis de 10 mm de diamètre et d'un écrou de 8,5 mm de hauteur.

30 Les surfaces des assemblages filetés étaient recouvertes de zinc ou de cadmium, et les résultats obtenus ont été identiques.

La viabilité des deux compositions est d'au moins 1 an et les assemblages filetés obtenus au moyen
35 de la composition proposée présentent un haut degré d'étanchéité, jusqu'à 550 kg/cm², ainsi qu'une stabilité

aux charges vibrantes de 20 à 2000 Hz et aux surcharges jusqu'à 50 g, et permettent de régler le couple de torsion maximal de 100 à 500 kg/cm.

5 D'autres genres d'assemblages (cylindriques et à brides) ont été soumis à des essais de cisaillement et d'étanchéité sur des simulateurs en acier, en alliages d'aluminium et de magnésium, spécialement conçus à cet effet.

10 Pour mieux fixer les idées, plusieurs exemples de réalisation concrets mais non limitatifs de l'invention sont décrits ci-après.

Exemple 1.

A 100 cm³ d'un mélange d'acétone, d'acétate de butyle et de xylène dans un rapport de 30 : 30 : 40
15 on ajoute 1 gramme de peroxyde de benzoyle et 5 grammes de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique. On partage la solution obtenue en deux portions, dont on envoie l'une au stockage tandis qu'on utilise l'autre pour traiter par trempage
20 des vis zinguées qu'on sèche à l'air pendant 30 minutes jusqu'à élimination complète des solvants. Ensuite on stocke une partie desdites vis à la température ambiante. Pendant une année on contrôle sur ces vis la durée de durcissement (de prise) et la résistance
25 mécanique des assemblages obtenus avec utilisation d'une composition contenant 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol) diéthylèneglycol, 0,05 partie en poids de ferrocène, 2,5 parties en poids de méthacrylate de décyle et 1,0 partie en poids
30 d'Aérosil, qu'on applique sur l'écrou que l'on visse ensuite sur la vis. C'est le couple maximal obtenu lors du dévissage de l'écrou de 360°C qui sert de critère pour l'évaluation de la résistance mécanique de l'assemblage. Avant les essais on maintient les
35 échantillons pendant 24 heures à la température ambiante.

Les résultats des essais sont réunis dans le

Tableau 1

5

15

20

25

30

35

en poids d'Aérosil. L'influence de la concentration de peroxyde de benzoyle sur le temps de prise et la résistance mécanique des assemblages filetés est représentée dans le Tableau 2 ci-dessous.

5

Tableau 2.

Influence de la concentration de peroxyde de benzoyle sur le temps de prise et la résistance mécanique d'un assemblage fileté

10	N° de l'essai	Quantité de peroxyde de benzoyle g	Temps de prise minutes	Couple de torsion maximal, kg/cm
	1	4	2 au maximum	400
15	2	1	2 à 4	350
	3	0,5	3 à 6	320
	4	0,25	6 à 10	280
	5	0,125	8 à 12	180

20

Exemple 3.

On prépare dans 6 ballons une solution contenant 100 cm³ d'un mélange d'acétone, d'acétate de butyle et de xylène dans un rapport de 30 : 30 : 40, et 1 gramme de peroxyde de benzoyle. Ensuite on ajoute dans chaque ballon une quantité différente de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique. On applique sur des vis, par le procédé au trempé, les solutions obtenues, on les sèche pendant 30 minutes à la température ambiante et on visse ensuite sur elles des écrous dont le filetage a été enduit d'une composition contenant 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylène carbonate)-diphénylolpropane, 0,05 partie en poids de ferrocène, 2,5 parties en poids de méthacrylate de décyle et 1 partie en poids d'Aérosil. On dévisse les

35

assemblages filetés après les avoir abandonnés pendant 24 heures à la température ambiante.

Les résultats des essais sont résumés dans le Tableau 3 ci-dessous.

5

Tableau 3.

Influence de la concentration de copolymère méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique sur la résistance mécanique des assemblages filetés.

10	N° de l'essai	Quantité de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique, g	Couple moteur maximal kg/cm	Temps de prise, mn	Viabilité
15	1	16	<u>250</u> 240-260	2 à 4	1 an au moins
20	2	10	<u>270</u> 250-280	"	"
	3	5	<u>350</u> 290-360	"	"
	4	2,5	<u>380</u> 360-385	"	"
25	5	1,25	<u>420</u> 380-430	"	"
	6	0,6	<u>450</u> 440-460	"	"

30

Exemple 4.

On prépare quatre solutions contenant chacune 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol)-diéthylèneglycol, 0,05 partie en poids de ferrocène et 1 partie en poids d'Aérosil. Ensuite on ajoute à chaque solution une quantité différente de bis-(méthyl-5 tertio-butyl-3 oxy-2 phényl)-méthane. On brasse

35

soigneusement les mélanges et on les applique sur les parties filetées d'écrous que l'on visse sur des vis traitées avec une composition contenant 100 cm³ d'un mélange d'acétone, d'acétate de butyle et de xylène dans un rapport de 30 : 30 : 40, 1 gramme de peroxyde de benzoyle et 5 grammes de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique. Après maintien à la température ambiante pendant 24 heures on dévisse les assemblages filetés. Les résultats des essais sont résumés dans le Tableau 4 ci-dessous.

Tableau 4.

Influence de la concentration d'inhibiteur sur la résistance mécanique des assemblages filetés

15	N° de l'essai	Quantité d'inhibiteur ajoutée, g	Couple de torsion maximal, kg/cm	Temps de prise, mn
20	1	néant	370	2
	2	0,03	290	4
	3	0,06	140	8
	4	0,09	120	12

25 Exemple 5.

A 50 grammes de bis-(méthacryoxyéthylèneglycol)-diphénylpropane on ajoute 50 grammes de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol)-tétrahydrofur, 2 grammes de méthacrylate d'octyle et 0,05 gramme de ferrocène. On brasse le mélange obtenu jusqu'à dissolution complète des composants et on applique le mélange sur la partie filetée du chapeau d'un récipient de simulateur permettant de vérifier l'étanchéité de l'assemblage fileté. On traite la partie filetée du récipient avec une composition contenant 100 cm³ d'un mélange d'acétone, d'acétate de butyle et de xylène dans un rapport de

30 : 30 : 40, 1 gramme de peroxyde de benzoyle et 5 grammes de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique, et on abandonne à l'air pendant 30 minutes pour éliminer le solvant.

- 5 Après assemblage et maintien pendant 24 heures à 20°C, on vérifie l'étanchéité du récipient en faisant agir une pression d'air de 550 kg/cm². Tous les simulateurs étaient étanches.

- 10 Le temps de prise sur des boulons zingués traités avec la composition décrite dans cet exemple était de 8 minutes. Le couple de torsion maximal après maintien de l'assemblage pendant 24 heures à 20°C est de 300 kg/cm.

Exemple 6.

- 15 On prépare deux solutions. La première solution contient 0,0025 partie en poids de ferrocène dans 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol)-diéthylèneglycol, tandis que la deuxième solution contient 0,15 partie en poids de ferrocène dans 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol)-diéthylèneglycol. On applique les compositions obtenues sur des assemblages filetés traités avec une composition contenant 100 cm³ d'un mélange d'acétone, d'acétate de butyle, de xylène dans un rapport de 30 : 30 : 40,
- 20 1 gramme de peroxyde de benzoyle, 5 grammes de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique. Le temps de prise de la première solution est de 30 minutes, le couple de torsion maximal au bout de 24 heures est de 100 kg/cm ; le temps de prise de la
- 25 seconde solution est de 2 à 4 minutes, le couple de torsion maximal est de 400 kg/cm.
- 30

Exemple 7.

- 35 On prépare deux solutions. La première solution contient 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol)-diéthylèneglycol, 0,15 partie en poids de ferrocène et 1 partie en poids d'Aérosil. La

deuxième solution contient 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol, 0,15 partie en poids de ferrocène et 5 parties en poids d'Aérosil.

- 5 On applique les compositions obtenues sur des assemblages filetés traités avec une solution analogue à celle indiquée dans l'exemple 3 (tableau 2, N° 1). Le temps de prise de la première solution et de la deuxième solution est de 2 à 4 minutes. Le couple
10 de torsion maximal pour la première solution est de 420 kg/cm, et pour la deuxième solution, de 300 kg/cm.

Exemple 8.

- A 100 cm³ de chlorure de méthylène (masse volumique 1,30 g/cm³) on ajoute 1 gramme de peroxyde de benzoyle
15 et 5 grammes de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique. On traite avec le mélange obtenu des vis zinguées. Après maintien de ces vis à l'air pendant 30 minutes, on visse sur celles-ci des écrous traités avec une composition
20 contenant 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylèneglycol, 0,05 partie en poids de ferrocène, 2,5 parties en poids de méthacrylate de décyle et 1,0 partie en poids d'Aérosil. Au bout de 24 heures on soumet les assemblages filetés à des
25 essais de dévissage. Les résultats des essais correspondent aux résultats indiqués dans le Tableau 1.

- Les exemples cités montrent d'une façon évidente que la viabilité de la composition a augmenté du double en comparaison de la composition connue, le
30 temps de prise a été réduit de 7 fois, la résistance mécanique des assemblages filetés a été réduite de moitié, tout en assurant un haut degré d'étanchéité.

- Fait inattendu : le film de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique
35 appliqué sur les vis maintient le peroxyde de benzoyle à l'état actif pendant un an. Cela permet de traiter

les pièces au préalable et de les admettre à l'assemblage à l'état fini.

Le Tableau 5 ci-dessous indique les caractéristiques de la composition utilisée suivant la présente invention.

5

Tableau 5.

N°	Composition	Viabilité,	années,	Temps	Couple
		Composant contenant le peroxy- de de ben- zoyle	Composant contenant le ferro- cène	de prise minutes	de torsion maximal kg/cm
15	1 Exemple 1	1,0	illimitée	2 à 4	250 à 320
	2 Exemple 2	1,0	illimitée	2 à 12	180 à 400
	3 Exemple 3	1,0	illimitée	2 à 4	250 à 500
	4 Exemple 4	1,0	illimitée	2 à 4	120 à 370
	5 Exemple 6	1,0	illimitée	30	100

20

Exemple 9.

A 100 parties en poids de bis-(méthacryloxyéthylène-carbonate)-diéthylèneglycol on ajoute 0,15 partie en poids de ferrocène, 0,12 partie en poids d'un inhibiteur, 2 parties en poids d'Aérosil et 2 parties en poids d'amiante. On brasse soigneusement le mélange obtenu jusqu'à obtention d'une matière homogène. A titre de deuxième composition on utilise une solution contenant : 100 parties en poids de chlorure de méthylène, 4 parties en poids de peroxyde de benzoyle, 16 parties en poids de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique.

On applique la composition contenant le peroxyde de benzoyle sur les surfaces conjuguées d'un assemblage cylindrique dont le diamètre a une valeur du jeu de

35

0,6 mm à l'ajustement. La pièce mâle est disposée dans le jeu d'une façon arbitraire.

On applique la composition contenant le ferrocène sur l'une des surfaces conjuguées, après quoi on monte les pièces et on ajoute la composition (1) dans le jeu aux endroits où il n'y a pas émergence de remplissage. Au bout de deux minutes après le montage, il devient impossible de déplacer manuellement les pièces l'une par rapport à l'autre.

Le contrôle non destructif indique l'absence de pores.

Les résultats des essais au cisaillement sont indiqués dans le Tableau 6 ci-dessous.

Tableau 6.

	Contrainte de cisaillement, kg/cm ²		
	Matériau de l'échantillon :		
Composition	acier + acier	acier + allia- ge aluminium- magnésium	acier + alliage de magnésium
Composition connue contenant 0,5 partie en poids de peroxyde de benzoyle et 0,025 partie en poids de ferrocène	110 40 à 180	80 30 à 120	45 10 à 90
Composition revendiquée	200 150 à 320	180 120 à 250	130 100 à 180

Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée aux modes de réalisation décrits qui n'ont été donnés qu'à titre d'exemple. En particulier, elle comprend tous les moyens constituant des équivalents techniques des moyens
5 décrits, ainsi que leurs combinaisons, si celles-ci sont exécutées suivant son esprit et mises en œuvre dans le cadre de la protection comme revendiquée.

R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé d'assemblage de surfaces conjuguées par application sur l'une d'elles d'une composition comprenant un oligocarbonateacrylate, du bis-(méthyl-5 tertio-butyl-3 oxy-2 phényl)-méthane, du ferrocène, et
5 sur l'autre surface, d'une composition comprenant du peroxyde de benzoyle, et mise en contact subséquent desdites surfaces, caractérisé en ce qu'on applique d'abord sur l'une ou les surfaces conjuguées une composition contenant du peroxyde de benzoyle, un copolymère de
10 méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique et un solvant organique, et on maintient la ou les surfaces conjuguées pendant un laps de temps au moins suffisant pour éliminer le solvant organique, après quoi on applique sur la ou les surfaces conjuguées une compo-
15 sition comprenant un oligocarbonateacrylate, du bis-(méthyl-5 tertio-butyl-3 oxy-2 phényl)-méthane,, du ferrocène de l'"Aérosil", ou un mélange d'"Aérosil" et d'amiante.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé
20 en ce qu'on utilise une composition comprenant 0,125 à 4,0 parties en poids de peroxyde de benzoyle, 0,6 à 16,0 parties en poids de copolymère de méthacrylate de butyle et d'amide d'acide méthacrylique, 100 parties en poids de solvant organique, et une composition compre-
25 nant 100 parties en poids d'oligocarbonateacrylate, 0,03 à 0,12 partie en poids de bis-(méthyl-5 tertio-butyl 3 oxy-2 phényl) méthane, 0,0025 à 0,15 partie en poids de ferrocène, 1,0 à 7,0 parties en poids d'"Aérosil" ou d'un mélange d'"Aérosil" et d'amiante.
- 30 3. Assemblages de pièces caractérisés en ce qu'ils sont obtenus par le procédé suivant l'une des revendications 1 et 2.