

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 627 125

②1 N° d'enregistrement national :

88 01758

⑤1 Int Cl⁴ : B 29 C 65/34, 65/48; C 08 J 3/24 / (B 29 K
23:00; B 29 L 31:24).

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15 février 1988.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 33 du 18 août 1989.

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

⑦1 Demandeur(s) : *Service National dit : GAZ DE FRANCE.*
— FR.

⑦2 Inventeur(s) : Denis Dufour.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : François Lerner.

⑤4 Procédé de jonction de pièces en matière plastique en utilisant un agent de réticulation et un bobinage intégré.

⑤7 L'invention concerne un procédé de jonction par réticulation de pièces en matière plastique comportant un bobinage intégré permettant leur chauffage électrique à la température convenable de jonction.

Selon l'invention, on apporte l'agent de réticulation sur les pièces dont on ajuste la température pendant une durée suffisante pour permettre la diffusion sans réticulation de l'agent, puis on élève la température de ces pièces entre environ 150 et 350 °C pendant un intervalle de temps supérieur au temps de demi-vie de l'agent, de sorte à induire la réticulation de la matière plastique, assurant ainsi la jonction étanche des pièces.

L'invention s'applique notamment à la réalisation de réseaux de distribution de gaz.

FR 2 627 125 - A1

D

L'invention concerne un procédé pour réaliser la jonction étanche de pièces en matière plastique, tel que du polyéthylène, comportant un bobinage intégré permettant le chauffage électrique des pièces à leur température convenable de jonction.

Pour de nombreux emplois, et en particulier pour l'établissement de réseaux de distribution de gaz, on utilise de plus en plus fréquemment des tubes en matière plastique et en particulier en polyéthylène.

L'assemblage de ces tubes ne pouvant se faire de façon satisfaisante par collage, la technique actuellement utilisée consiste à venir les souder et plus précisément à les thermosouder.

Selon un procédé de plus en plus répandu, les tubes sont alors réunis au moyen de manchons qui comportent un bobinage électrique sur leur face interne et l'opération de soudage est réalisée en raccordant le bobinage à une source électrique qui, par effet joule, chauffe le bobinage et provoque la fusion de la matière plastique du manchon et du tube, réalisant ainsi le soudage.

D'autres pièces, telles que prises de branchement, bouchons, etc..., sont également assemblés sur le réseau suivant le même principe.

Pour obtenir une résistance mécanique convenable des pièces soudées, il est impératif avec cette technique et avant de procéder au soudage, de préparer les tubes.

Cette préparation consiste à venir enlever une pellicule de quelques centaines de microns environ, au niveau des surfaces de jonction des pièces, de sorte à éliminer la couche superficielle chimiquement altérée du fait du stockage habituel des tubes, et qui les rend

déliçats sinon impropres à souder.

Comme on le comprend, ce "grattage de surface" obligatoire et systématique des tubes qui doit s'effectuer sur le terrain, juste avant de procéder au soudage, est
5 lourd et malaisé à mettre en oeuvre, compte tenu des conditions générales de travail et en particulier de l'exiguïté des tranchées au fond desquelles sont alors disposés les tubes et des conditions atmosphériques parfois rigoureuses.

10 En outre, on a pu constater que la qualité de la jonction obtenue après soudage dépendait de la nature de la matière plastique utilisée et de l'état de vieillissement du tube. En d'autres termes, il est apparu particulièrement délicat de déterminer d'une façon générale et quelles que
15 soient les conditions de mise en oeuvre, l'épaisseur de la couche à enlever.

L'objet de l'invention est justement de résoudre ces différents problèmes et en particulier de supprimer l'opération de grattage des tubes et de limiter l'influence
20 de l'état de vieillissement des tubes et de la nature de la matière plastique qui les constitue.

A cet effet, l'invention propose de réunir les tubes par l'intermédiaire du manchon au moyen d'une réticulation de la matière plastique au niveau de leur
25 interface de jonction.

Plus précisément, l'invention propose de procéder comme suit :

- on prend un agent de réticulation apte à réticuler la matière plastique constitutive des pièces,
- 30 - on apporte ledit agent de réticulation sur les pièces à joindre dont on ajuste la température pendant une durée suffisante de sorte à permettre la diffusion de l'agent précité au moins au niveau des surfaces de jonction des pièces, sans pour autant entraîner la réticulation de la
35 matière plastique,
- et on élève la température des pièces en question, entre 150 et 350°C environ, pendant un intervalle

3

de temps supérieur au temps de demi-vie dudit agent, de sorte à induire la réticulation de la matière plastique au moins au niveau de l'interface des pièces, assurant ainsi leur jonction étanche.

5 De préférence, parmi l'ensemble des agents de réticulation concernés et dans le cas où les pièces seront en polyéthylène, on choisira soit un peroxyde organique ayant un temps de demi-vie d'une minute environ pour des températures comprises sensiblement entre 140 et 210°C, soit
10 un composé azoté ayant également un temps de demi-vie d'une minute environ mais pour des températures de l'ordre de 250 à 300°C.

On définira le temps de demi-vie comme l'intervalle de temps nécessaire pour qu'environ 50 % de
15 l'agent réagisse avec la matière plastique, induisant sa réticulation à une température donnée.

Selon une autre caractéristique de l'invention, les pièces à joindre seront chauffées à une température comprise entre environ 150 et 350°C pendant un intervalle de
20 temps suffisant pour atteindre, au niveau de leur interface de jonction, un taux de réticulation de la matière plastique constitutive desdites pièces au moins égal à 1,2.

On définira le taux T de réticulation d'un échantillon par $T = \frac{2}{S + \sqrt{S}}$, où S qui est la fraction non
25 soluble de l'échantillon réticulé est tel que $S = 1 - \frac{M_r}{M_o}$ avec :

M_o : masse de l'échantillon testé,

M_r : masse réticulée de cet échantillon.

Dans le cas du polyéthylène on utilisera, comme connu en soi, le solvant xylène pour déterminer la masse M_r .

30 L'invention prévoit également différentes techniques d'apport et de mise en oeuvre qui seront décrites en détail ci-après.

Mais précisons tout d'abord quelques points concernant la réticulation.

35 Il est clair qu'il s'agit là d'une réaction chimique en soi connue.

Dans le cas des tubes en matière plastique elle est actuellement parfois utilisée pour améliorer leur

résistance au vieillissement.

Néanmoins, cette technique n'a jamais été employée sur des tubes destinés à être réunis de façon sensiblement étanche. En effet, une fois réticulé, un tube en matière
5 plastique, et en particulier en polyéthylène, n'est plus soudable et le thermosoudage était jusqu'à présent, il faut le rappeler, la seule technique réellement fiable pour lier correctement entre-eux deux tubes en matière plastique.

En d'autres termes, les techniciens considéraient
10 la réticulation et la jonction étanche de pièces en matière plastique comme antinomique et pratiquement incompatible.

Dans l'invention, ce problème est résolu puisqu'il n'y a plus de soudage en temps que tel. En effet, selon le procédé de l'invention, la résistance mécanique de la
15 jonction des pièces dépendra de la densité des pontages ou des liaisons chimiques que la réticulation créera au niveau des interfaces de jonction des pièces, et non plus de la densité des enchevêtrements physiques, comme dans le cas du soudage. Par conséquent, contrairement au cas du soudage,
20 les variations physico-chimiques (nature de la matière plastique, oxydation de surface...) des pièces n'auront pratiquement plus aucune influence sur la résistance mécanique des jonctions.

En pratique, la mise en oeuvre du procédé de
25 l'invention dépendra essentiellement de deux critères :
- choix de l'agent de réticulation
- technique d'apport, c'est-à-dire condition de mise en oeuvre.

Revenons tout d'abord brièvement sur le choix de
30 l'agent de réticulation.

En premier lieu, il devra être, comme on le comprend, apte à réticuler la matière plastique constitutive des pièces à réunir. Dans le cas de réseaux de distribution de gaz, les pièces à réunir étant en général et comme on l'a
35 vu des tubes en polyéthylène, on utilisera plus particulièrement deux grandes familles d'agents de réticulation.

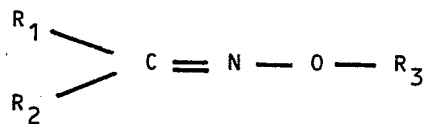
1. Les peroxydes organiques ayant un temps de demi-vie dans le polyéthylène d'environ une minute pour des températures comprises sensiblement entre 140 et 210°C.

Plus précisément, ces peroxydes seront choisis dans la liste suivantes :

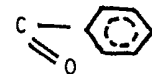
- 1.1-di-tert.butyl peroxy- 3.3.5-trimethylcyclohexane
- 1.1-di-tert.butyl peroxy cyclohexane
- tert.butyl peroxy-3.5.5-trimethylhexanoate
- tert.butyl peroxy isopropyl carbonate
- 2.2-di-tert.butyl peroxybutane
- tert.butyl peroxy stearyl carbonate
- tert.butyl peroxyacetate
- tert.butyl peroxybenzoate
- 4.4-di.tert.butyl peroxy n.butyl valerate
- dicumyl peroxide
- 2.5-dimethyl-2.5-di-tert.butyl peroxy hexane
- 2.5-dimethyl-2.5-di-tert.butyl peroxy hexyne
- tert.butyl cumyl peroxide
- bis(tert.butyl peroxyisopropyl) benzene
- di-tert.butyl peroxide

2. Certains composés azotés ayant un temps de demi-vie de l'ordre également d'une minute environ mais pour des températures de l'ordre de 250 à 300 voire 350°C.

On entend par composés azotés des oxydes d'amines, de formule générale :



Un composé azoté adapté dans le cadre de l'invention est celui dans lequel, à R_1 correspond $C_{11}H_{23}$, à R_2 correspond C_2H_5O et à R_3 correspond



Le type d'agent de réticulation plus particulièrement utilisable ayant été défini, précisons

maintenant les conditions de mise en oeuvre et les différentes techniques d'apport de cet agent.

— CONDITIONS DE MISE EN OEUVRE

L'agent de réticulation ayant été choisi, on va
5 alors venir l'apporter aux pièces à joindre et,
parallèlement, on va ajuster la température de ces pièces
pendant une durée suffisante, de sorte à permettre à l'agent
retenu de diffuser vers leur interface de jonction
sans pour autant entraîner la réticulation de
10 la matière plastique laquelle, avec l'opération de scission,
ne doit intervenir qu'à l'issue de la diffusion.

Ce n'est donc qu'après diffusion de l'agent que,
les pièces étant en contact, on élèvera leur température
entre 150 et 350°C environ pendant un intervalle de temps
15 supérieur au temps de demi-vie de l'agent choisi, de sorte à
induire ainsi la réticulation de la matière plastique au
moins au niveau de l'interface des pièces, assurant ainsi
leur jonction ou leur réunion étanche.

Dans le cas de la jonction de deux tubes au moyen
20 d'un manchon, cette élévation de température sera obtenue en
alimentant avec une énergie électrique adaptée le bobinage
électrique du manchon. Le réglage et le contrôle des
paramètres de chauffage seront réalisés par tout moyen
adapté.

En pratique, on poursuivra ce chauffage dans la
gamme des températures indiquées pendant un intervalle de
temps suffisant pour atteindre le point de gel. D'après les
tests menés il a été remarqué que ce point de gel était
habituellement atteint, au niveau de l'interface de jonction
30 des pièces, pour un taux de réticulation de la matière
plastique constitutive de ces mêmes pièces, au moins
égal à 1,2 . En d'autres termes, il faudrait donc qu'une
concentration en agent réticulant au moins égale à 0,2 % par
cm³ de matière plastique, ait effectivement réagi.

35 Une fois cette réticulation effectuée, les pièces
étant alors jointes de façon étanche, la
température sera ramenée sensiblement à l'ambiante.

- TECHNIQUES D'APPORT DE L'AGENT DE RETICULATION

L'apport aux pièces à joindre de l'agent de réticulation retenu peut, selon l'invention, s'envisager de quatre façons différentes :

5 - tout d'abord, sous la forme d'une solution liquide que l'on viendra étendre au niveau de la surface des pièces à joindre ; c'est-à-dire, dans le cas des tubes réunis par manchon, en général sur la surface extérieure de ces tubes et sur une longueur sensiblement égale à celle
10 recouverte par ledit manchon. La solution en question comprendra l'agent de réticulation et un solvant volatil et, en pratique, on n'effectuera la réunion des pièces qu'après évaporation de ce solvant.

 - on pourra également apporter l'agent par
15 l'intermédiaire d'une pellicule que l'on viendra déposer comme précédemment au niveau de la surface des pièces à joindre. Dans le cas considéré des tubes réunis par manchon, la pellicule en question viendra donc en quelque sorte envelopper leur surface extérieure.

20 La pellicule comprendra un support en matière plastique tel que du polyéthylène, dans lequel sera incorporé l'agent de réticulation. Elle sera maintenue en place lors de l'élévation de température conduisant à la réticulation.

25 - on pourra aussi prévoir d'apporter l'agent en question par l'intermédiaire d'un film souple pelable dont on viendra recouvrir la surface des pièces à joindre. Le film en question comprendra, outre l'agent de réticulation, un support en matière plastique sensiblement inerte
30 vis-à-vis des pièces et de l'agent considéré. Après que cet agent ait diffusé dans les pièces, on retirera le film ; après quoi on élèvera dans la gamme précitée la température de ces mêmes pièces de sorte à induire l'opération de réticulation.

35 - enfin, on pourrait apporter l'agent de réticulation au cours de la fabrication des pièces en l'incorporant à la matière plastique.

a. APPORT SOUS LA FORME D'UNE SOLUTION LIQUIDE

De préférence, cette technique, comme la suivante, sera utilisée dans le cas où la conduite du chauffage des pièces sera menée de sorte à maintenir tout d'abord pendant
5 une durée déterminée leur température à un niveau tel que l'agent diffuse de part et d'autre de l'interface des pièces à joindre alors mises en contact les unes les autres sans qu'il y ait réticulation.

Après quoi, le programme de chauffage élèvera,
10 comme prévu, entre 150 et 350°C, la température des pièces, induisant la réticulation.

Dans ce cas, la solution contiendra l'agent de réticulation et un solvant propre à dissoudre l'agent en ques-
tion, et cette solution sera déposée juste au moment où on désirera
15 réunir les pièces. Le programme de chauffage sera adapté en conséquence.

En ce qui concerne les solvants utilisables, ils devront, d'une façon générale, présenter une température d'ébullition comprise entre environ 30 et 50°C, afin d'être
opératoires dans la plupart des conditions habituelles de
20 travail.

Afin d'obtenir la meilleure qualité de jonction, on ne mettra en contact les pièces devant être réunies qu'après évaporation du solvant. L'épaisseur du dépôt
d'agent réticulant devra être comprise entre environ 3×10^{-5} et
25 3×10^{-4} cm. En pratique, il devra y avoir sur cette surface entre 2,5 à 3×10^{-5} et 2,5 à 3×10^{-4} gramme d'agent réticulant par cm^2 de matière plastique.

On notera que l'utilisation d'un solvant ou diluant est en fait imposée par la réglementation qui
interdit d'utiliser les agents de réticulation, et en
30 particulier les peroxydes, purs.

EXEMPLE D'APPLICATION

On prend deux tubes en polyéthylène que l'on placera
bout à bout et autour desquels on viendra placer étroitement
35 un manchon chauffant.

Préalablement, on dépose sur la surface extérieure des tubes un peroxyde DHBP (2.5.-dimethyl-2.5-di-tert.butyl peroxy

hexane) de sorte à obtenir une concentration de l'ordre de 1 à $2 \times 10^{-4} \text{ cm}^3$ de peroxyde par cm^2 de polyéthylène. On enduit ainsi les tubes sur une longueur correspondant à la longueur de recouvrement du manchon.

5 Les pièces étant en place, à une température ambiante d'environ 20°C , on chauffe alors le bobinage du manchon jusqu'à 230°C environ à un rythme de 50°C par minute.

10 Pendant une première phase de chauffage, la diffusion du peroxyde en question au niveau de l'interface de jonction tubes/manchon va s'effectuer, après quoi la scission-réticulation va se déclencher, induisant la jonction des pièces entre-elles.

15 Parvenu à 230°C , on laisse les pièces refroidir jusqu'à la température ambiante.

b. APPORT DE L'AGENT RETICULANT PAR L'INTERMÉDIAIRE D'UNE PELLICULE DEPOSEE SUR LA SURFACE DES PIECES

20 La pellicule en question sera donc dans ce cas mise en place au moment où l'on désirera joindre les pièces.

Elle sera constituée en une matière plastique qui devra être susceptible d'être réticulée par l'agent retenu. En outre, cette matière plastique devra être compatible avec la matière plastique constitutive des pièces à joindre, 25 c'est-à-dire ne pas entraîner de perturbations au cours des opérations de diffusion ou de réticulation.

30 En pratique, la pellicule choisie comprendra, incorporée à elle, une concentration en poids d'agent de réticulation comprise entre 1 et 10 % environ et de préférence de l'ordre de 5 %.

Son épaisseur sera en général de l'ordre de 10 à $100 \mu\text{m}$.

35 D'une manière générale, les essais menés ont montré qu'à proximité immédiate de l'interface de jonction il devait y avoir dans les pièces, en

fin de diffusion, une concentration supérieure, ou à la limite égale, à 0,2 % en masse d'agent réticulant.

EXEMPLE D'APPLICATION

5 On prend les deux tubes en polyéthylène précédents et on vient enrouler autour de leur surface extérieure en regard du manchon, une pellicule en polyéthylène d'environ 50 μ m d'épaisseur et comprenant de l'ordre de 5 % de peroxyde TBPB (tert.butyl peroxybenzoate) par cm^3 de
10 polyéthylène.

Ceci effectué, les pièces étant à température ambiante (environ 20°C) on chauffe le bobinage du manchon jusqu'à environ 250°C à un rythme de l'ordre de 200°C par minute. On laisse alors refroidir les pièces. La jonction
15 obtenue est de bonne qualité, les taux de réticulation sur les deux interfaces de la pellicule en regard des tubes et du manchon étant supérieurs à 1,2 .

c. APPORT DE L'AGENT DE RETICULATION PAR L'INTERMÉDIAIRE D'UN FILM PELABLE AU MOMENT DU STOCKAGE

20 Le film choisi comprendra un support en matière plastique sensiblement inerte vis-à-vis des pièces et de l'agent considéré. A l'intérieur de ce support, sera incorporée une concentration en poids d'agent de réticulation comprise entre 1 et 10 % environ et de préférence de l'ordre
25 de 5 %.

Le film sera déposé à la surface de toutes les pièces après fabrication, au moment de leur stockage et celui-ci devra, bien entendu, être tel que la durée et sa température permettent la diffusion de l'agent sans entraîner
30 de réaction de réticulation.

En pratique, cette durée de stockage sera comprise entre un minimum et un maximum. Selon les essais menés, à l'issue de la durée minimum de stockage, la concentration en agent réticulant par cm^3 de matière plastique, à proximité
35 de l'interface de jonction des pièces recouvertes par le film, sera d'environ 2 à 4 %. En cas d'une durée maximale de stockage, cette concentration devrait encore atteindre à

L'interface environ 0,5 gramme/cm³ de matière plastique.

Dans l'intervalle de temps en question, au moment où l'on désirera joindre les pièces, il suffira de retirer le film et d'élever la température des pièces de sorte à induire la réticulation de la matière plastique.

D'une façon générale, le film souple pelable en question aura une épaisseur comprise entre 1 et 5 mm environ et de préférence de l'ordre de 2 mm.

EXEMPLE D'APPLICATION

On reprend les deux tubes de polyéthylène précédents avec leur manchon chauffant.

Au moment de stocker les tubes et le manchon, on vient placer, de préférence sur la surface intérieure de ce manchon, un film de 2 mm environ en paraffine (ou en élastomère) contenant environ 5 % de peroxyde DHBP (2.5-diméthyl-2.5-di-tert.butyl peroxy hexane) par cm³ de paraffine.

On laisse alors "reposer" le manchon à 20°C environ pendant un intervalle de temps compris entre 15 Jours et deux ans. Le peroxyde peut alors diffuser vers l'intérieur du manchon.

Au bout de 15 jours environ, on note qu'à une profondeur de 10 μm de l'interface, la concentration en poids de peroxyde DHBP dans le polyéthylène est de l'ordre de 2 %.

Pendant tout cet intervalle de temps, on peut procéder à la jonction par réticulation des pièces. Il suffit alors de retirer le film pelable, de réunir étroitement les tubes et leur manchon et d'élever la température du bobinage de 20°C à 230°C environ, et ce un rythme de l'ordre de 200°C par minute. Parvenu à cette température, on laisse les pièces refroidir.

d. INCORPORATION DE L'AGENT DE RETICULATION AU MOMENT DE LA FABRICATION DES PIÈCES

Dans ce cas, l'une et/ou l'autre des deux pièces devant être réunies sont composées, dès leur fabrication, d'un mélange comprenant une matière plastique, telle que le

polyéthylène, et d'un agent réticulant compatible, c'est-à-dire susceptible de réticuler la matière plastique en question.

5 Comme on le comprend, il faudra avec cette technique prendre bien soin de contrôler le processus de fabrication pour éviter à ce moment toute réticulation.

10 Quelle que soit la concentration initiale en agent réticulant, il devra y avoir une concentration suffisante d'agent pour qu'au moment où l'on réalise la jonction il y ait encore au moins 0,2 % en poids d'agent dans la matière plastique, à proximité de la surface.

Une fois fabriquées, les pièces pourront être soit utilisées immédiatement soit stockées (bien entendu là encore sans que la réticulation intervienne).

15 En pratique, les concentrations en agent réticulant au niveau de ces surfaces de jonction, desquelles dépend la durée maximale de stockage, seront sensiblement identiques à celles de la technique d'apport précédente (film pelable).

20 EXEMPLE D'APPLICATION

On fabrique par extrusion deux tubes et un manchon sur la face intérieure duquel on viendra disposer un bobinage électrique intégré.

25 Ces pièces sont réalisées en polyéthylène et le manchon contient environ 0,4 % de peroxyde DHBP.

30 Ce peroxyde a un temps de demi-vie d'environ une minute à 180°C. Si la température de fabrication atteint cette valeur, on devra alors ajuster les débits de manière que le temps de séjour dans la machine, à cette température du mélange polyéthylène/ peroxyde DHBP soit inférieur à la minute.

35 Une fois fabriqué, le manchon est stocké à 20°C environ. Il faut que dans les deux ans à venir les pièces soient réunies. Au moment choisi, il suffit alors de venir placer les tubes entourés de leur manchon et d'élever la température du bobinage de ce dernier de 20°C à 250°C environ, et ce à un rythme de l'ordre de 200°C par

minute.

Parvenu à cette température maximale, on laisse les pièces refroidir.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour réaliser la jonction étanche de pièces en matière plastique, tel que du polyéthylène, comportant un bobinage intégré permettant le chauffage électrique à la température convenable de jonction, caractérisé en ce que

- on prend un agent de réticulation apte à réticuler la matière plastique constitutive des pièces
- on apporte ledit agent sur les pièces dont on ajuste la température pendant une durée suffisante de sorte à permettre la diffusion de l'agent précité au moins au niveau des surfaces desdites pièces à joindre, sans entraîner la réticulation de la matière plastique
- et on élève la température des pièces entre 150 et 350°C environ pendant un intervalle de temps supérieur au temps de demi-vie dudit agent, de sorte à induire la réticulation de ladite matière plastique au moins au niveau de l'interface des pièces, assurant ainsi leur jonction étanche.

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'agent de réticulation est du type peroxyde organique ayant un temps de demi-vie de l'ordre d'une minute environ pour des températures comprises sensiblement entre 140 et 210°C.

3. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que l'agent de réticulation appartient à la liste suivante :

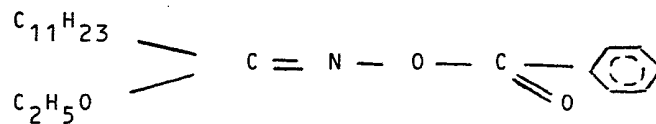
- 1.1-di-tert.butyl peroxy- 3.3.5-trimethylcyclohexane
- 1.1-di-tert.butyl peroxy-cyclohexane
- tert.butyl peroxy-3.5.5-trimethylhexanoate
- tert.butyl peroxy isopropyl carbonate
- 2.2-di-tert.butyl peroxybutane
- tert.butyl peroxy stearyl carbonate
- tert.butyl peroxyacetate
- tert.butyl peroxybenzoate

- 4.4-di.tert.butyl peroxy n.butyl valerate
- dicumyl peroxide
- 2.5-dimethyl-2.5-di-tert.butyl peroxy hexane
- 2.5-dimethyl-2.5-di-tert.butyl peroxy hexyne
- tert.butyl cumyl peroxide
- bis(tert.butyl peroxyisopropyl) benzene
- di-tert.butyl peroxide

5

4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'agent de réticulation est un composé azoté de formule

10



15

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on applique aux pièces une température comprise entre 150 et 350° C environ, pendant un intervalle de temps suffisant pour atteindre au niveau de l'interface de jonction des pièces un taux de réticulation dans la matière plastique constitutive de ces mêmes pièces, au moins égal à 1,2 .

20

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que les vitesses d'élévation de la température des pièces sont comprises entre 50 et 200° C par minute, environ.

25

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'on apporte l'agent de réticulation retenu sous la forme d'une solution liquide que l'on vient étendre au niveau de la surface des pièces à joindre, ladite solution comprenant, outre ledit agent, un solvant volatil.

30

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'on apporte l'agent de réticulation retenu sous la forme d'une pellicule que l'on vient placer au niveau de la surface des pièces à joindre, ladite pellicule comprenant un support en matière

35

plastique, tel que du polyéthylène, dans lequel est incorporé une concentration en poids d'agent de réticulation comprise entre 1 et 10 % environ, et de préférence, de l'ordre de 5 %.

5 9. Procédé selon la revendication 8 caractérisé en ce qu'on choisit une épaisseur de support comprise entre 10 et 100 μm environ.

 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que

10 - on apporte l'agent de réticulation retenu sous la forme d'un film pelable que l'on vient placer au niveau de la surface des pièces à joindre, ledit film comprenant un support en matière plastique sensiblement inerte vis-à-vis des pièces et de l'agent de réticulation, et dans lequel
15 est incorporée une concentration en poids d'agent comprise entre 1 et 10 % environ, et de préférence de l'ordre de 5 %,
 - et avant d'élever la température des pièces, on retire ledit film.

 11. Procédé selon la revendication 10 caractérisé en ce que le film pelable a une épaisseur comprise entre 1 et 5 mm environ, et de préférence de l'ordre de 2 mm.

 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce qu'on apporte l'agent de réticulation retenu au cours de la fabrication des pièces en l'incorporant à la matière plastique constitutive de ces
25 mêmes pièces, avec une concentration en poids d'agent de réticulation comprise entre 1 et 10 % environ, et de préférence de l'ordre de 5 %.

 13. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce qu'on étend, au niveau de la surface des pièces à joindre et à une température d'environ 20°C, une solution liquide comportant un peroxyde du type 2.5-dimethyl-2.5-di-tert. butyl peroxy hexane jusqu'à atteindre une concentration d'environ 1 à 2 x 10⁻⁴ cm³ de peroxyde par cm² de matière
30 plastique, puis on chauffe lesdites pièces mises en contact jusqu'à 230°C environ avec une élévation de température de 50°C par minute, après quoi on laisse refroidir les pièces.

14. Procédé selon la revendication 8 caractérisé en ce qu'au niveau de la surface des pièces à joindre et à une température d'environ 20°C, on vient déposer une pellicule en polyéthylène d'environ 50 µm d'épaisseur comportant une concentration de l'ordre de 5 % de tert.butyl peroxybenzoate par cm³ de polyéthylène, puis on met les pièces en contact et on les chauffe jusqu'à environ 250°C avec une élévation de température de 200°C par minute, après quoi on laisse les pièces refroidir.

15. Procédé selon la revendication 10 caractérisé en ce que

on vient recouvrir la surface des pièces à joindre d'un film pelable en paraffine d'environ 2 mm d'épaisseur contenant environ 5 % de

2.5.-dimethyl-2.5-di-tert.butyl peroxy hexane par cm³,

on laisse reposer les pièces ainsi recouvertes à 20°C environ pendant un intervalle de temps compris entre 15 jours et deux ans environ,

et pendant cet intervalle de temps, au moment où l'on désire joindre les pièces, on retire le film, on met les pièces en contact et on les chauffe jusqu'à environ 230°C, avec une élévation de température de l'ordre de 200°C par minute,

après quoi on laisse les pièces refroidir.

16. Procédé selon la revendication 12 caractérisé en ce que

on fabrique certaines au moins des pièces devant être réunies avec un mélange de polyéthylène contenant environ 0,4 % de peroxyde 2.5-dimethyl-2.5.-tert.butyl peroxy hexane

et, à échéance de deux ans environ, période pendant laquelle on a pu stocker les pièces à une température d'environ 20°C, au moment où l'on désire joindre ces pièces, on les met en contact et on les chauffe jusqu'à 250°C environ, avec une élévation de température de l'ordre de 200°C par minute,

après quoi on laisse lesdites pièces refroidir.