

## CHAPITRE DIX SEPT

# DÉTERMINATION DES CARACTÉRISTIQUES PRINCIPALES SUR LES FILS ET LES FIBRES SYNTHÉTIQUES

Ce chapitre décrit les caractéristiques couramment déterminées sur les fils et sur les fibres dans les laboratoires de contrôle des fabricants de fils et fibres synthétiques. Il ne sera pas fait mention des mesures sur les surfaces textiles (tissus, tricots, non tissés, nappes de garnissage, ..... etc.). Par contre des mesures plus spécifiques comme la détermination de spectres X ou de la biréfringence, surtout pratiquées dans les laboratoires de R&D, seront cependant évoquées du fait de leur intérêt pour la détermination de la structure macromoléculaire.

Tous les contrôles sont effectués, sauf indications contraires, en atmosphère normalisée : humidité relative H.R. = 65 %  $\pm$  2 % et température  $\theta = 20 \pm 2^\circ\text{C}$ . Les éprouvettes sur lesquelles sont faites les mesures sont maintenues préalablement au moins 12 heures dans cette atmosphère.

### 1 - MESURES DE BASE.

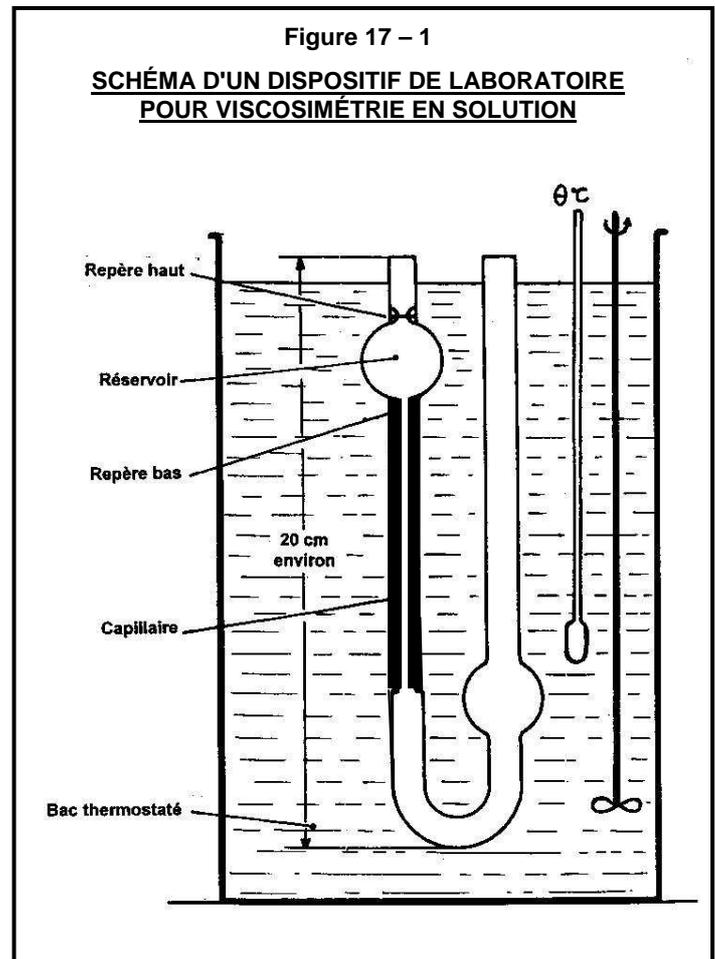
#### 1 - 1 - VISCOSIMÉTRIE EN SOLUTION.

Cette mesure permet d'approcher la masse moléculaire et donc, par exemple, de détecter une dégradation résultant d'un traitement donné. Elle est aussi bien réalisée sur les polymères solides avant filage que sur les fils et les fibres (après désensimage).

Principe de la mesure : On prépare une solution diluée ( $C = 0,25$  à  $1,0$  g. dans  $100$  ml de solution) dans un solvant spécifique tel que, par exemple, l'acide formique 90% pour les polyamides ou le mélange phénol/tétrachloroéthane pour les polyesters. On mesure ensuite, à l'aide d'un chronomètre, le temps d'écoulement par gravité, depuis un réservoir de volume calibré, dans un capillaire d'environ  $1$  mm de diamètre et en opérant à une température bien précise ( $20,0$  ou  $25,0 \pm 0,1^\circ\text{C}$ ). On utilise classiquement un viscosimètre en verre de type OSTWALD - UBBELHODE, tel que représenté sur la figure 17-1 ci-contre, placé dans un bac thermostaté.

On obtient un temps  $T_1$  exprimé en secondes (250 par exemple). Dans les mêmes conditions on détermine le temps d'écoulement du solvant pur, soit  $T_0$ .

Actuellement, dans les laboratoires ayant une forte activité de contrôle de fabrication, les mesures sont le plus souvent automatisées en ce qui concerne les remplissages et les rinçages du viscosimètre ainsi que les mesures des temps d'écoulement.



Traitement des résultats. Les valeurs suivantes peuvent être définies :

<b>Viscosité relative</b>	$V.R. = T_1 / T_0$	sans dimension
<b>Viscosité spécifique</b>	$\eta_{\text{spec.}} = (T_1 - T_0) / T_0$	sans dimension
<b>Indice de viscosité</b>	$I.V. = 1000.(\eta_{\text{spec.}} / C)$	
<b>Viscosité intrinsèque</b>	$[\eta]$ = limite quand <b>C</b> tend vers 0 de $(\ln V.R.) / C$ Si <b>C</b> est exprimé en g./ dl , la viscosité intrinsèque est exprimé en dl./ g.	

Il existe pour chaque polymère, et pour un solvant donné, des relations du type :

$$\overline{Mn} = \Phi(VR) \quad \text{et} \quad \overline{Mn} = K \cdot [\eta]^\alpha$$

Remarque 1 : La détermination classique et précise de la viscosité intrinsèque exige la mesure sur 3 ou 4 concentrations différentes (0,25, 0,50, 0,75 et 1,00% par exemple), le tracé un graphe joignant les valeurs trouvées par une droite puis l'interpolation à concentration zéro pour lire la viscosité intrinsèque cherchée. Cette méthode longue a été remplacée, pour un polymère et un solvant donnés, par une mesure à une seule concentration et la lecture d'une table numérique préétablie.

Remarque 2 : En ce qui concerne la viscosité relative, certaines méthodes anciennes utilisent encore des concentrations élevées de l'ordre de 5 à 10%. La précision est limitée mais peut convenir pour des contrôles d'atelier.

### 1 - 2 - DÉTERMINATION DE LA DENSITE (masse volumique)

La densité est une détermination assez simple qui permet d'avoir une bonne idée du taux de crystallinité d'un polymère semi-cristallin sous forme de cachoux, de plaque, de crins, de fil ou de fibre. Il est évidemment nécessaire de connaître préalablement, pour un polymère donné, la densité théorique de la phase amorphe pure et celle du cristal parfait.

Dans la pratique textile :

- La masse volumique à une température donnée (symbole  $\rho_g$ ) s'exprime en grammes par centimètre cube pour un solide. La température de référence est en général de 20°C.
- La densité relative à une température donnée est le rapport de la masse d'un volume donné du polymère à celle du même volume d'une substance de référence à la même température. La substance de référence est en général l'eau. Si la température de référence est 20°C la valeur de la masse volumique de l'eau à utiliser est de 0,9982 g./ cm<sup>3</sup>.

Le principe de la détermination consiste à mesurer la hauteur de flottation de l'échantillon à tester dans une colonne de liquide, d'une hauteur de 100 à 150 cm, qui présente un gradient linéaire de densité étalonné. C'est le principe du ludion. Le gradient est obtenu par un mélange progressif, très délicat à réaliser, de liquides organiques présentant des masses volumiques différentes. Par exemple :

- Ether de pétrole	$\rho = 0,64 \text{ g./ cm}^3$
- Méthanol	$\rho = 0,79 \text{ " "}$
- Toluène	$\rho = 0,87 \text{ " "}$
- Alcool benzylique	$\rho = 1,04 \text{ " "}$
- Tétrachlorure de carbone	$\rho = 1,60 \text{ " "}$

Evidemment les liquides utilisés ne doivent pas être des solvants ou des gonflants des échantillons testés. Ces échantillons doivent être préalablement désensimés et séchés 24 heures sous vide en présence de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

On dispose de billes étalons de masses volumiques parfaitement connues pour étalonner la colonne. Une détermination de densité demande au moins quatre heures pour une bonne mise en équilibre, (la colonne doit être située dans un local à 22 ± 0,1°C par exemple). La hauteur atteinte par l'échantillon dans la colonne est déterminée avec un cathétomètre.

La masse volumique est déterminée à ± 10<sup>-4</sup> g./ cm<sup>3</sup>.

### 1 - 3 - MESURE DU TITRE.

On rappelle que le **titre** en dtex est égal à la masse en grammes de 10 000 mètres de fil. Le titre est déduit de la pesée sur une balance de précision d'une éprouvette de fil d'une longueur déterminée.

Pour un filé de fibre, et les fibres discontinues en général (coton, laine, ...) on s'exprimera le plus souvent en Numéro métrique Nm. Le Numéro métrique d'un filé est égal à la longueur en mètres contenue dans un gramme de ce filé. Le Nm étant inversement proportionnel au titre en dtex, à 10<sup>4</sup> près, On passe aisément du titre en dtex au Nm :

$$\text{Exemple :} \quad 200 \text{ dtex} \rightarrow \text{Nm } 50 = (1 / 200) \cdot 10^4$$

Remarque. Dans le cas de fibres courtes (quelques cm.), la détermination du titre par pesée d'une longueur donnée est difficile. On réalise la mesure sur fibre unitaire en utilisant le principe des cordes vibrantes. Une fibre, maintenue sous une pré-tension standard, est placée en appui devant les deux languettes d'un excitateur de vibration. La fréquence conduisant à la vibration maximale de la fibre est en relation avec la masse de celle-ci pour une longueur donnée, donc avec le titre.

Rappel historique. Avant l'adoption du titre international, le titre des fils, et en particulier de la soie grège, se définissait de diverses manières selon les pays.

A LYON le titre était donné par le poids en **denier** (unité de poids valant 1,27 g) d'une longueur de 9 600 aunes (1 aune = 1,27 m). En 1779, la longueur totale fut divisée en 24 parties (400 aunes) pour définir le **grain**, les défauts et les écarts de titre devenant plus sensibles sur une distance plus courte.

A partir de 1858, on tenta d'utiliser les mesures métriques mais ce n'est qu'en 1900 que le congrès de PARIS adopte pour titre international de la soie le titre légal Italien et c'est à partir de 1903 que seront utilisés le **denier** nouvelle définition : poids en grammes de 9 000 mètres de soie grège et le numéro métrique correspondant.

C'est dans les années 50 que le Bureau International des Poids et Mesures adopte un titre commun à tous les fils textiles avec le **Tex** : poids en grammes de 1 000 mètres de fil, et son sous-multiple le **décitex** (dtex) correspondant au poids de 10 000 m. de fil.

#### **1 - 4 - MESURE DE LA TORSION (ÉVENTUELLE) D'UN FIL.**

Sur un torsiomètre on détermine le sens de la torsion : **S** ou **Z**, ainsi que la valeur de la torsion, exprimée en tours par mètre, par détorsion jusqu'à alignement des brins ou des fils primaires.

#### **1 - 5 - MESURE DE LA LONGUEUR MOYENNE DE COUPE POUR UNE FIBRE.**

On élabore un histogramme des longueurs de coupe par 100 ou 200 mesures de façon à juger de leur répartition : longueur de coupe échelonnée ou non.

#### **1 - 6 - DÉTERMINATION DE LA SECTION DES BRINS.**

On examine optiquement, avec l'agrandissement approprié, la section des brins sur une coupe transversale, éventuellement après insertion dans une résine pour éviter des déformations au moment de la coupe. On peut conserver une photographie de la coupe réalisée.

#### **1 - 7 - DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN ENSIMAGE.**

La méthode classique de détermination de la quantité d'ensimage déposée sur le fil ou la fibre consiste à extraire l'ensimage, à froid ou à chaud, par un solvant tel que l'éther éthylique par exemple en traitant une vingtaine de grammes de fils. Le solvant est évaporé puis le résidu est pesé. C'est une méthode globale qui ne dit rien sur la régularité de répartition de l'ensimage le long du fil

La connaissance de la régularité de répartition en même temps que celle du taux moyen sont importantes pour les fils qui sont obtenus et travaillés à haute vitesse. Des méthodes récentes, issues notamment des travaux du T.R.I. (Princeton - USA) permettent d'appréhender ces deux caractéristiques. On peut par exemple travailler par fluorimétrie sous U.V., après incorporation de faibles quantités d'un agent fluorescent neutre dans l'émulsion d'ensimage. On obtient des graphes très précis tels que ceux représentés sur la figure 17-2. (Chemical Fiber Intl. - Vol 48. - September 1998)

## **2 - MESURES DES PROPRIÉTÉS DYNAMOMÉTRIQUES.**

On utilise un dynamomètre manuel ou automatique, à gradient d'allongement constant, sur lequel une éprouvette de fil ou de fibre est soumise à une traction longitudinale jusqu'à sa rupture. Il est recommandé de faire 20 mesures pour bien caractériser un fil et 30 pour une fibre. Voir la figure 17-3

Connaissant le titre initial en **tex** d'une éprouvette, on obtient avec une série de **x** mesures de moyenne  $\bar{m}$  et d'écart type **s** :

<b>- <u>La force à la rupture</u> en cN</b>	<b>- <u>L'allongement à la rupture</u> en %</b>
<b>- <u>La ténacité A</u></b>	<b>Ténacité A (en cN / tex) = Force à la rupture (en cN) / Titre initial (en tex)</b>
<b>- <u>La ténacité B</u></b>	<b>Ténacité B (en cN / tex) = Force à la rupture (en cN) / Titre réel à la rupture (en tex)</b>

Remarques - A chaque instant on peut calculer la force spécifique qui est le rapport de la force à l'instant t au titre initial. La ténacité **A** est donc la force spécifique au point de rupture.

- Le titre réel à la rupture est égal à :

$$\text{Titre réel à la rupture} = \text{Titre initial} / (1 + \{A\% / 100\})$$

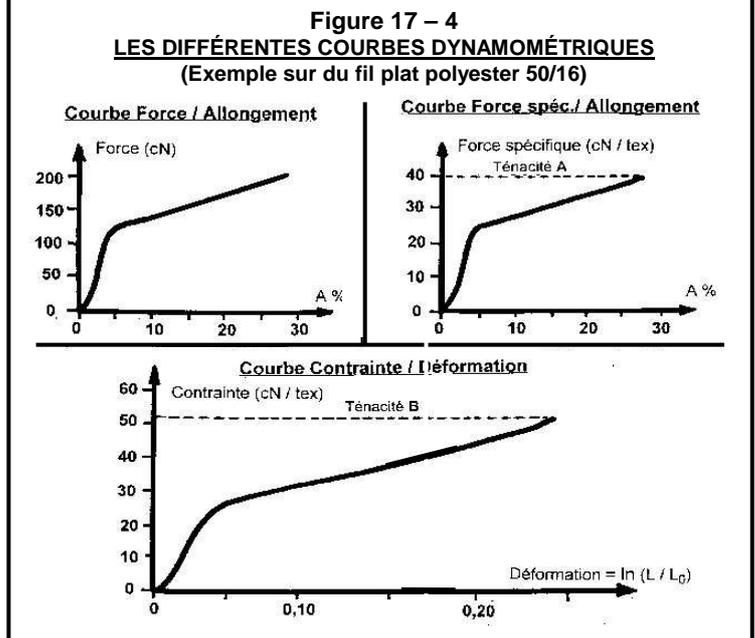
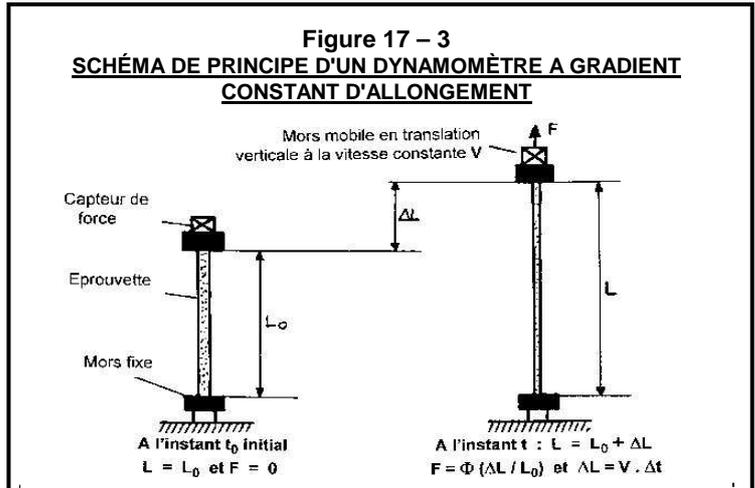
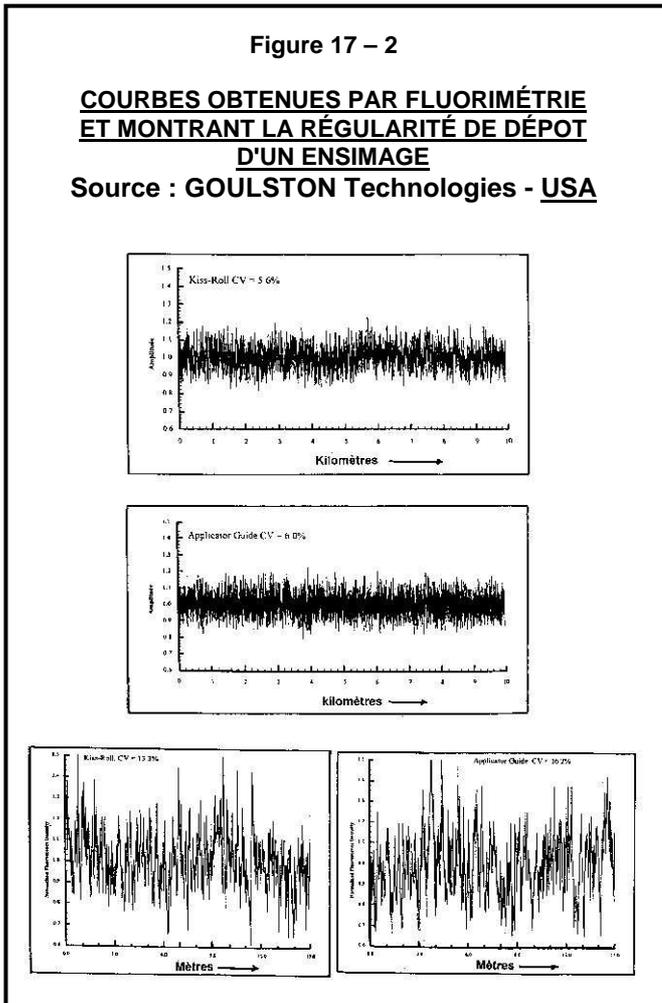
- La ténacité **B** ne peut se calculer que si le titre décroît régulièrement en fonction de l'allongement. C'est la contrainte au point de rupture.

On peut également établir les courbes **Contrainte / Déformation** qui permettent la comparaison des caractéristiques de produits de titres différents, ce qui n'est pas possible avec les courbes **Force / Allongement**

En tout point on a :

Voir la figure 17-4

* <b>Contrainte</b> (en cN / tex)	= Force (en cN) / Titre réel (en tex)
	= (Force en cN / Titre initial en tex) . (1 + {A % / 100})
* <b>Déformation</b> (sans dimension)	= Log nép. (1 + {A % / 100})
	= Log nép. (L / L <sub>0</sub> )



**Autres résultats numériques de la dynamométrie.**

- \* **Le module d'YOUNG E** - ou module d'élasticité vrai - est obtenu par la tangente au départ de la courbe Force / Allongement. Il s'exprime en cN / tex

$$E \text{ (cN / tex)} = \text{Force spécifique (cN / tex)} / [(\Delta L / L_0) \text{ correspondant}]$$

- \* **L'énergie de rupture Wr** qui s'exprime couramment en cN / tex / cm.

$$Wr \text{ (cN / tex / cm.)} = \int_{L_0}^{L \text{ rupture}} \text{Force sp\u00e9cif.} \cdot d(\Delta L / L)$$

\* **Le module s\u00e9cant \u00e0 un allongement donn\u00e9** qui s'exprime en cN / tex \u00e0 A % d'allongement

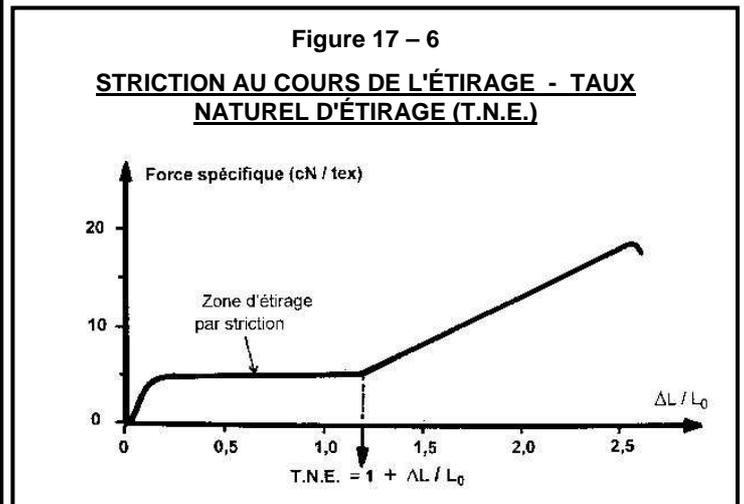
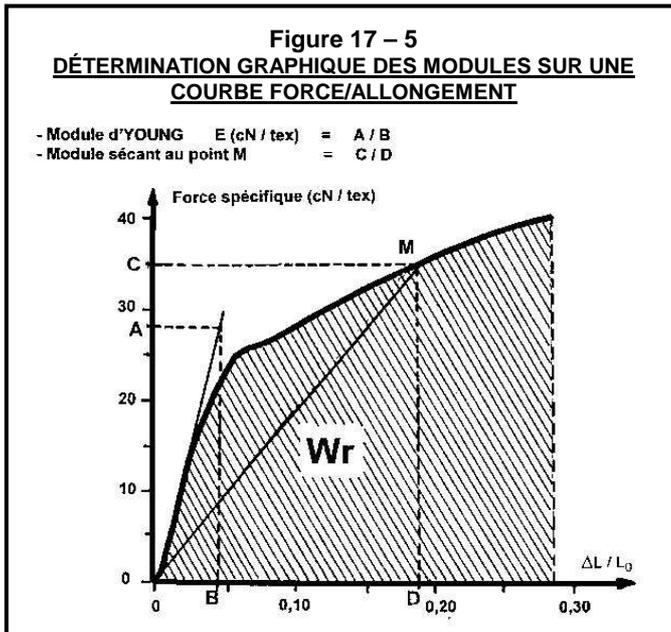
$$\text{Module s\u00e9cant \u00e0 A\% d'Allgt. (cN / tex)} = \text{Force sp\u00e9cif. (cN / tex)} / [(\Delta L / L_0) \text{ pour A \% donn\u00e9}]$$

Voir la figure 17-5

\* **Le Taux Naturel d'Etirage - TNE** - pour les fils et fibres non \u00e9tir\u00e9s

Pour les produits qui s'\u00e9tire avec striction (cas du polyester PET) le TNE prend en compte la longueur du palier correspondant \u00e0 l'\u00e9tirage par striction sur la courbe Force / Allongement .

Voir la figure 17-6



### 3 - AUTRES PROPRI\u00c9T\u00c9S PHYSIQUES.

#### 3 - 1 - PROPRI\u00c9T\u00c9S MESUR\u00c9ES SUR LES FILS CONTINUS.

\* **Irr\u00e9gularit\u00e9 du titre U%** Le U% est une mesure de l'irr\u00e9gularit\u00e9 du titre d'un fil continu. Le fil qui est maintenu sous une certaine tension, d\u00e9file entre les plaques d'un condensateur. La variation de titre provoque une variation de la capacit\u00e9 d'un condensateur qui est traduite en % d'irr\u00e9gularit\u00e9 de titre. On obtient un graphique des irr\u00e9gularit\u00e9s et sa valeur moyenne U%. Les valeurs courantes varient selon le titre et la qualit\u00e9 du fil et se situent entre 0,4 et quelques %.

\* **Module sonique.** Le module sonique est li\u00e9 \u00e0 l'orientation macromol\u00e9culaire de la mati\u00e8re dans le fil. On d\u00e9termine la vitesse du son dans le mat\u00e9riau entre une sonde \u00e9mettrice \u00e0 6 750 Hz et une sonde r\u00e9ceptrice. Le module sonique, ou module dynamique, est directement proportionnel au carr\u00e9 de la vitesse du son.

Module sonique	en Pa	= $10^3 \cdot d \cdot c^2$	d en g./ cm <sup>3</sup>
	en cN / tex	= $10^{-4} \cdot c^2$	c en m./ s.

\* **Facteur de coh\u00e9sion - ou F.C.** - en n\u00f4uds par m\u00e8tre. C'est le nombre de points de coh\u00e9sion contenus dans un m\u00e8tre de fil entrelac\u00e9. Lorsqu'il s'agit d'un fil ayant plus de 60 n\u00f4uds / m., la mesure se fait visuellement par comptage sur fil tendu ou bien avec un appareil optique automatique.

Pour des valeurs plus faibles que 60 n\u00f4uds / m. elle se fait m\u00e9caniquement par un appareil qui d\u00e9tecte la distance entre les points d'entrelacement \u00e0 l'aide d'une aiguille qui p\u00e9n\u00e8tre entre les filaments du fil en mouvement et qui s'escamote d\u00e8s qu'elle rencontre un point de r\u00e9sistance sup\u00e9rieur \u00e0 un seuil de tension impos\u00e9.

On r\u00e9alise un minimum de 100 escamotages pour calculer le facteur de coh\u00e9sion.

\* **Coefficient de frottement d'un fil** sur lui-m\u00eame, sur acier, sur d'autres mat\u00e9riaux. Cette caract\u00e9ristique permet, par exemple, de juger de la qualit\u00e9 d'un produit d'ensimage et de sa r\u00e9partition le long du fil.

Le fil en mouvement frotte, suivant un angle d\u00e9termin\u00e9, sur lui-m\u00eame ou sur un obstacle. Les tensions du fil, enregistr\u00e9es avant et apr\u00e8s le frottement, permettent de calculer le coefficient de frottement.

\* **Retrait sous l'effet de divers traitements thermiques.** La mesure consiste à déterminer la variation de longueur d'une éprouvette de fil sous une pré-tension standard après un traitement thermique tel que :

- Eau bouillante : 15 min. dans l'eau bouillante + 10 min. dans une étuve à 80°C + 60 minutes en atmosphère conditionnée.
- Air sec : 30 min. dans une étuve à 150, 180, 190 ou 210°C, selon la nature du fil étudié, + 60 minutes en atmosphère conditionnée.
- Vapeur saturante : 30 min. dans une étuve vapeur à 130°C + 10 min. dans une étuve à 80°C + 60 minutes en atmosphère conditionnée.

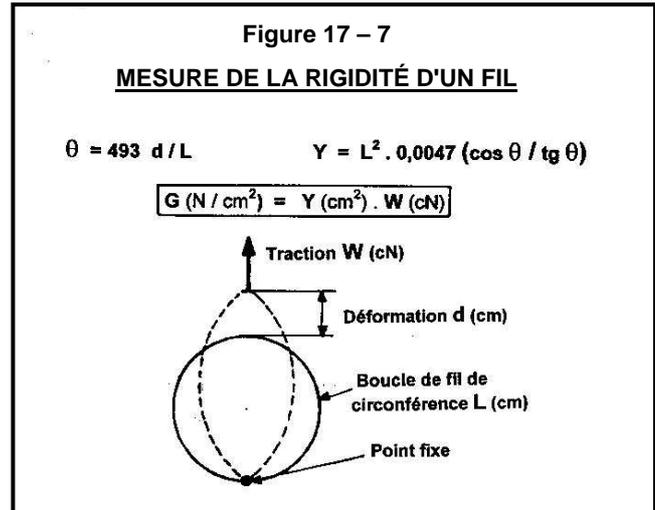
$$\text{Retrait \%} = \left[ \frac{\text{Longueur initiale} - \text{Longueur après traitement}}{\text{Longueur initiale}} \right] \cdot 100$$

Il est aussi possible de mesurer la force de retrait en cN avec un appareil particulier.

\* **Rigidité des fils - G** - en cN / cm<sup>2</sup>.

Une boucle de fil circulaire, maintenue à sa base, est soumise en son sommet à une force qui permet d'obtenir une déformation déterminée.

Voir la figure 17-7ci-contre



\* **Effet torque.** en tours / m. Avec le sens **S** ou **Z**. Cette mesure permet de déterminer la tendance au vrillage d'un fil. Cette tendance au vrillage peut être gênante pour la mise en œuvre des fils.

\* **Propriétés électrostatiques.** Après un conditionnement d'au moins 48 h. à 45% H.R., on charge le fil, sous forme de tricot, sous une tension de 100 V. puis on mesure les temps de demi et de ¾ de décharge.

### 3 - 2 - PROPRIÉTÉS SUR LES FILS TEXTURÉS.

\* **Caractéristiques de frisure.** La méthode est décrite dans la norme AFNOR 607 305.

Un flottillon de fil de 2 500 dtex, ayant subi au préalable un traitement thermique de 10 min. dans une étuve à 120°C pour le polyamide 6-6 et à 180°C pour le polyester PET par exemple, est soumis successivement à des tractions sous différentes charges ce qui permet de définir des longueurs **L** :

- **L<sub>1</sub>** : 10 secondes avec une charge de 200 mg./ dtex.
- **L<sub>2</sub>** : 10 minutes avec une charge de 1 mg./ dtex.
- **L<sub>3</sub>** : 10 secondes avec une charge de 10 mg./ dtex.
- **L<sub>4</sub>** : 20 minutes avec une charge de 1 mg./ dtex.

On calcule alors :

<b>- Contraction de frisure E %</b>	$E \% = \left[ \frac{(L_1 - L_2)}{(L_1)} \right] \cdot 100$
<b>- Contraction de frisure intermédiaire K %</b>	$K \% = \left[ \frac{(L_1 - L_3)}{(L_1)} \right] \cdot 100$
<b>- Stabilité de frisure B %</b>	$B \% = \left[ \frac{(L_1 - L_4)}{(L_1 - L_2)} \right] \cdot 100$

Un autre test, décrit dans la même norme, est le test HATRA qui est plus fréquemment utilisé pour les titres inférieurs à 50 dtex. Il consiste à mesurer dans l'eau à 20 ± 2°C. les longueurs d'un flottillon de fil, maintenu sous deux charges différentes. On en déduit une valeur de la contraction de frisure **CR%**

$$CR\% = \left[ \frac{(L_1 - L_2)}{(L_1)} \right] \cdot 100$$

\* **Effet mousse - Em %** - Mesure d'élasticité en %. Après avoir subi un traitement thermique de 2 min. à l'eau bouillante pour révéler la frisure puis une relaxation de 24 heures, un flottillon de fil est soumis successivement à une traction sous 50 mg./ dtex pendant 2 min. puis sous 1 mg./ dtex pendant 1 heure.

$$Em\% = \left[ (L. \text{ défrisée sous } 50 \text{ mg./ dtex} - L. \text{ frisée sous } 1 \text{ mg./ dtex}) / (L \text{ frisée initiale}) \right] \cdot 100$$

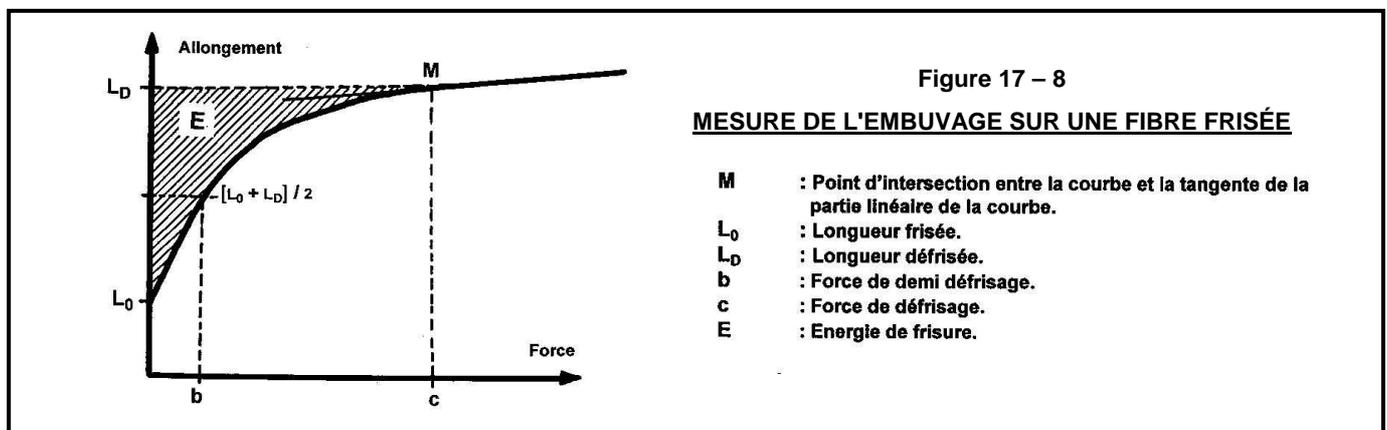
### 3 - 3 - PROPRIÉTÉS SUR LES FIBRES FRISÉES.

- **Embuage (ou taux de frisure) et énergie de frisure.** Une fibre, dont on connaît le titre, est soumise à un essai de traction sur un dynamomètre jusqu'à ce qu'elle atteigne un état complètement défrisé. Sur la courbe Force / Allongement on relève certains points qui permettent le calcul des valeurs suivantes :

$$\text{Embuage \%} = [(Longueur \text{ défrisée} - Longueur \text{ frisée}) / (longueur \text{ défrisée})] \cdot 100$$

$$\text{Energie de frisure en cN / tex . cm} = \int_{L_0}^{L \text{ défrisée}} (F \text{ cN / Titre dtex}) \cdot d(\Delta L / L_0)$$

Voir la figure 17-8



- **Fréquence de frisure (1/2 ondulations / cm.)** C'est le nombre de demi-ondulations par cm. de fibre défrisée, obtenu par un comptage visuel sur une image agrandie 4 fois d'une fibre maintenue avec un embuage de 10% entre deux plaques de verre.

- **Propriétés élastiques** On examine les propriétés élastiques sur un dynamomètre par des cycles de traction limitée en allongement, suivis par des relaxations à traction nulle. On détermine notamment :

- \* Déformation permanente en %.
- \* Récupération élastique immédiate en %.
- \* Récupération élastique retardée en %.
- \* Taux de récupération du travail en %.

## 4 - EXAMENS OPTIQUES.

### 4 - 1 - AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE.

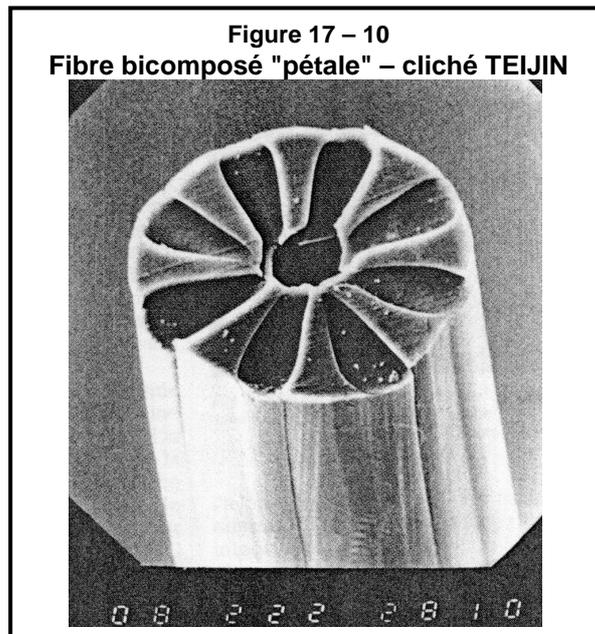
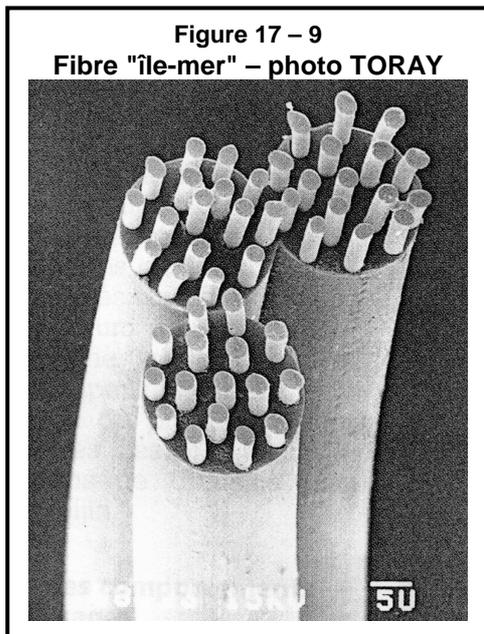
Ce microscope est utilisé pour les examens des états de surface des filaments avec des grossissements allant de 30 à 7 500. L'échantillon doit être au préalable recouvert par vaporisation d'une mince pellicule de métal, de l'or par exemple. On peut obtenir des clichés spectaculaires comme ceux des figures 17-9 et 17-10

### 4 - 2 - AU MICROSCOPE OPTIQUE CLASSIQUE.

- En lumière naturelle, transmise ou réfléchie, sur des coupes transversales ou sur des vues longitudinales.
- En lumière polarisée pour l'observation des **sphérolites** ou pour la détermination de la **biréfringence**  
La biréfringence est la différence des indices de réfraction dans la direction parallèle et perpendiculaire à l'axe du filament :

$$\Delta n = n_{\parallel} - n_{\perp}$$

Les indices de réfraction, qui sont une indication notamment sur les différences structurales entre le centre et la périphérie d'un filament, sont obtenus par une méthode optique de compensation (lumière polarisée et compensateur de BERKE) sur filament individuel maintenu sous faible tension dans de l'huile de vaseline.

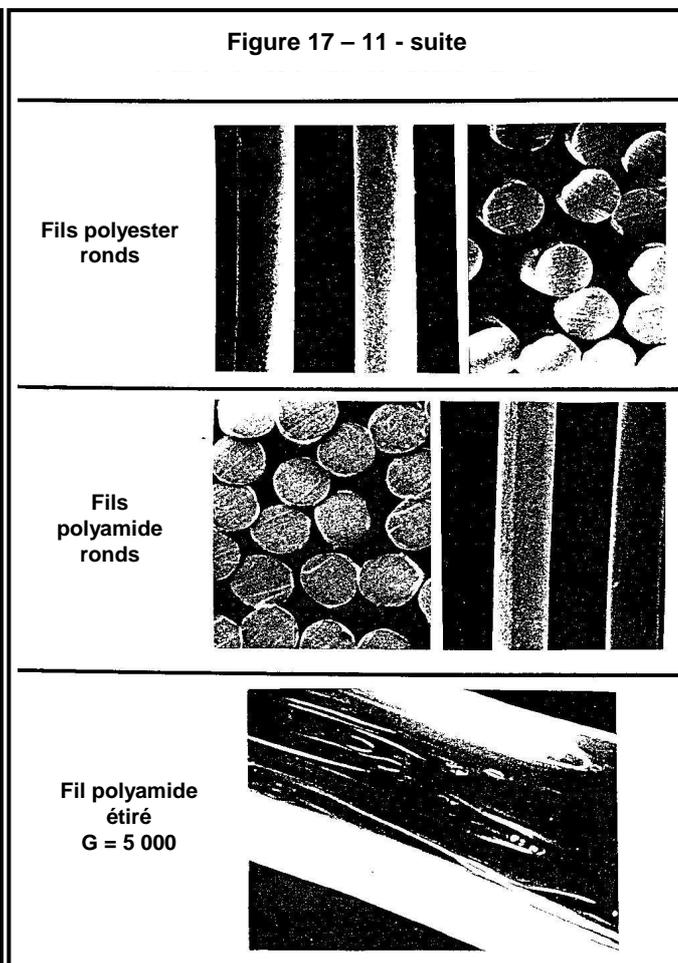
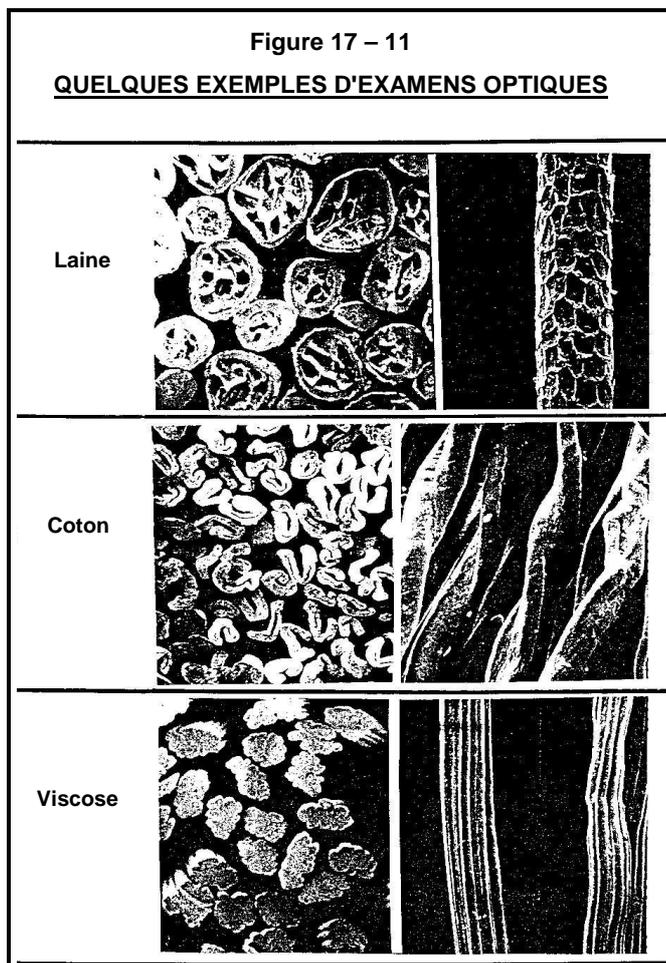


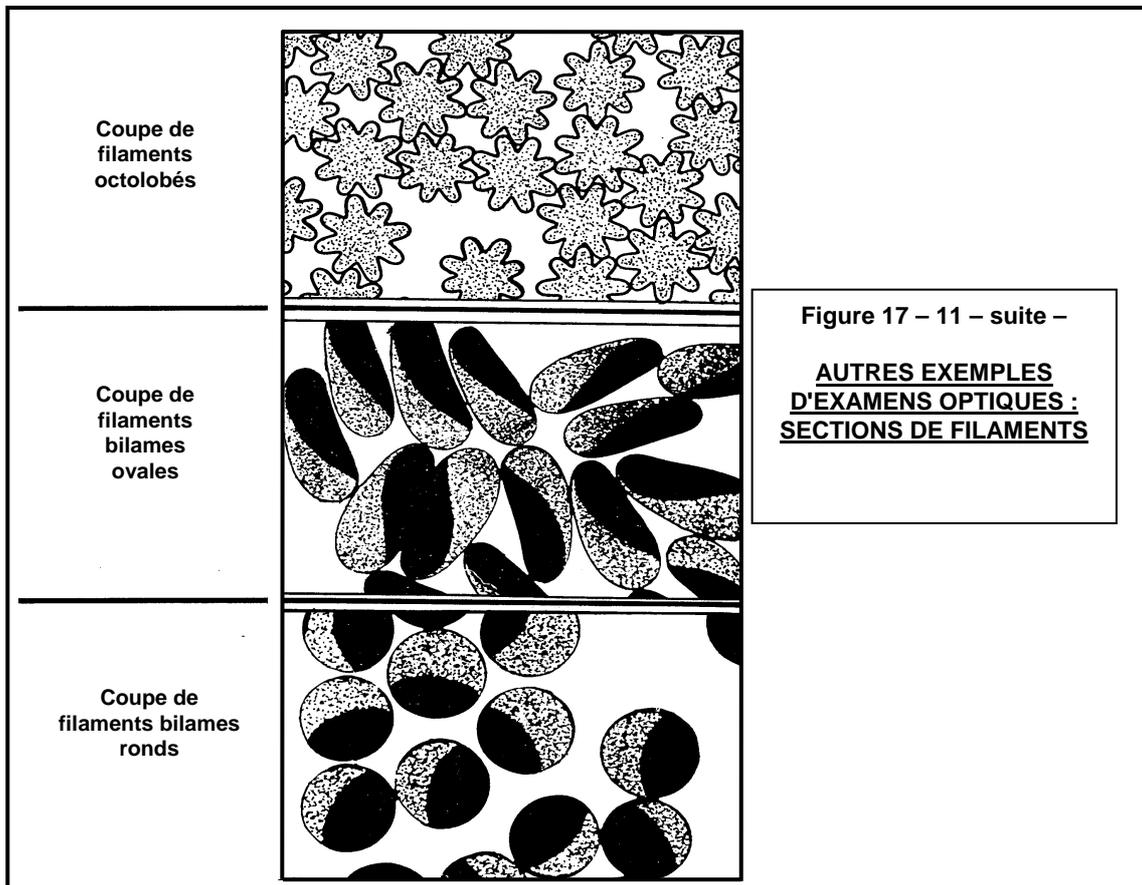
On obtient par exemple (pour fixer des ordres de grandeur) :

POY PA 6-6	$\Delta n = 39 \cdot 10^{-3}$
POY PA 6	$\Delta n = 35 \cdot 10^{-3}$
SSY PET	$\Delta n = 132 \cdot 10^{-3}$

- En lumière U.V. pour la détermination de la fluorescence provoquée par des éléments dégradés de la matière par exemple.
- En fond noir pour l'observation de la pigmentation de la matière.

Voir des exemples sur la suite de figures 17-11





#### 4 - 3 - CARACTÉRISATION DE LA COULEUR.

##### 4-3-1 - Un peu d'histoire et de théorie.

L'évaluation des couleurs est aussi vieille que l'humanité consciente mais la quantification cohérente et précise de ces couleurs est apparue au XX<sup>ème</sup> siècle avec la colorimétrie scientifique. La première tentative sérieuse fut l'atlas de A.H. MUNSELL (c'était un artiste peintre) qui établit en 1905 un atlas des couleurs publié en 1915. Cet atlas est encore utilisé au niveau international et sert de point de comparaison pour l'appréciation des espaces colorimétriques.

Avant de poursuivre il faut rappeler les points fondamentaux suivants :

- La couleur est associée aux ondes électromagnétiques et plus particulièrement à leur distribution spectrale dans le spectre visible. Les longueurs d'onde des radiations situées entre le violet et le rouge du spectre visible s'étalent de 400 à 700 nm. environ.
- C'est l'absorption sélective des radiations à certaines longueurs d'onde qui détermine la couleur des objets. Les radiations qui ne sont pas absorbées sont alors réfléchies et transmises par les objets, et donc visibles par les observateurs. Par exemple les objets jaunes absorbent la lumière dans le bleu.
- La perception d'une couleur dépend de trois facteurs :
  - \* L'objet que l'on observe, qui possède ses caractéristiques propres.
  - \* La source de la lumière qui éclaire l'objet : soleil, lampe à incandescence, ..... Pour les mesures colorimétriques actuelles des illuminants normalisés ont été définis : par exemple illuminant D65.
  - \* L'œil de l'observateur. La couleur est une interprétation par le cortex de perceptions venues de l'œil et tous les observateurs ne voient pas de la même façon. Comme on le verra plus loin, il a été nécessaire de définir un observateur standard.
- Dans la vision des couleurs, la sensation visuelle interprète l'impression colorée suivant :
  - \* sa teinte (HUE en anglais) – par exemple teinte jaune, rose, bleu, .....
  - \* sa saturation ou pureté (CHROMA en anglais) – par exemple rouge pastel ou rouge profond.
  - \* sa clarté ou luminance (LIGHTNESS en anglais) – les deux extrêmes étant le blanc pur et le noir profond.

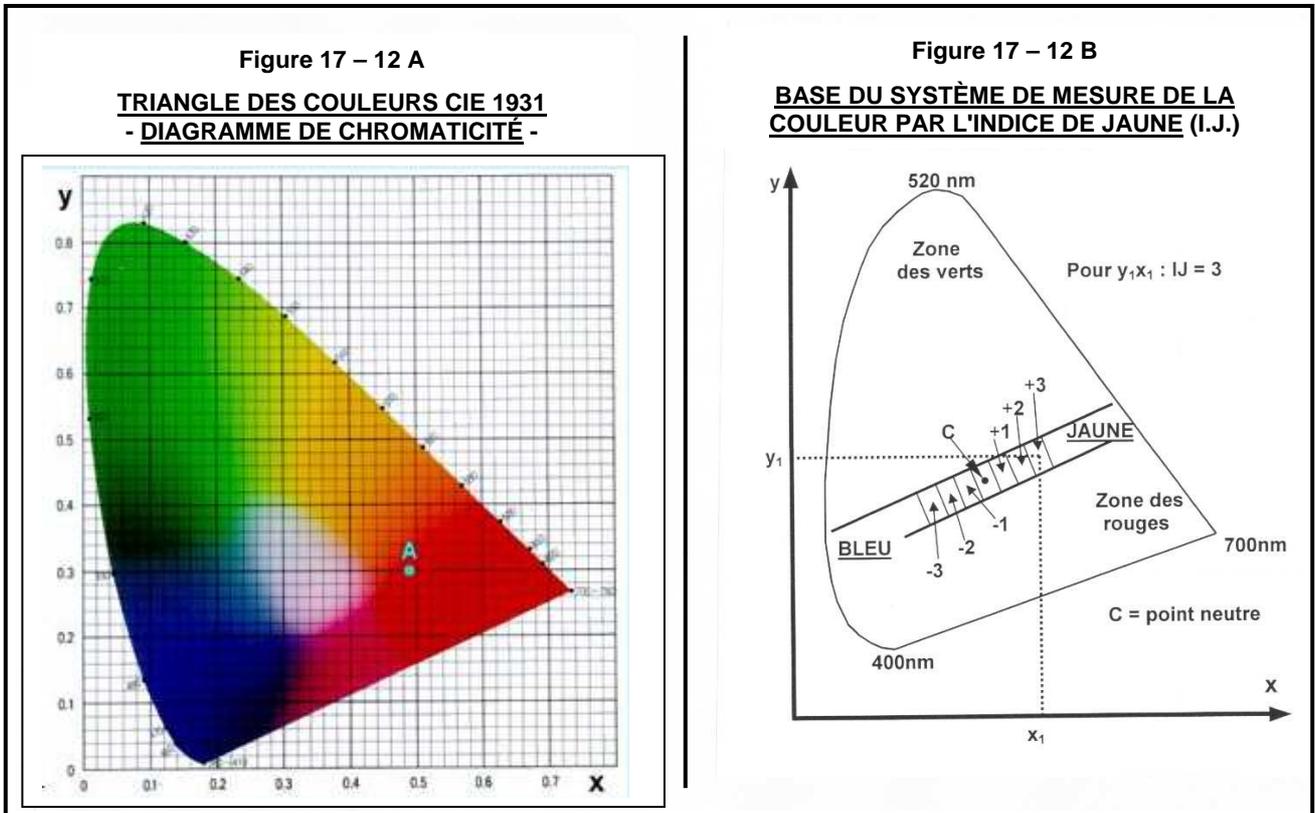
##### 4-3-2 - Définition d'un observateur standard (explications simplifiées)

Afin de définir un observateur dit "standard", base de toute mesure et calculs colorimétriques, des expériences de reconnaissance et de recombinaison des couleurs ont été menées à partir d'observateurs humains n'étant affectés d'aucune anomalie de la vision. Il en est résulté "l'observateur standard CIE 1931", défini en 1931 par la Commission Internationale de l'Eclairage. Un stimulus de couleur est notamment défini par trois nombres **x**, **y** et **z** appelés coordonnées trichromatiques, à partir desquelles la CIE a recommandé d'utiliser **x** et **y** pour préciser la chromaticité de la couleur, indépendamment de sa clarté **z**.

On obtient alors, pour chaque valeur de  $z$ , un "triangle des couleurs CIE 1931" (spectrum locus) en fait en forme de fer à cheval  
 Voir la figure 17-12 A

Les coordonnées  $x$  et  $y$  sont normées entre 0 et 1 et la valeur  $z$  s'exprime en % entre 0 (noir) et 100 (blanc) Le point neutre, sur l'échelle des gris, se trouve aux coordonnées  $x = 0,333$  et  $z = 0,333$

Le système a été complété par la CIE en 1960 par la définition d'un observateur standard supplémentaire (observation de l'objet sous un angle solide de  $10^\circ$  au lieu de  $2^\circ$  comme en 1931)



#### 4-3-3 – Application à l'évaluation colorimétrique des polymères et textiles - L'indice de jaune (I.J.)

L'indice de jaune I.J. (YELLOW INDEX en anglais) a été présenté par HOECHST dans les années 50 en se basant sur les considérations suivantes : De très nombreuses mesures sur des chips de polymère et sur des échantillons de fibre écrue ont montré que les points représentatifs sur le diagramme des couleurs CIE se situaient tous dans des bandes relativement étroites allant du bleu/violet pâle au jaune en passant par le blanc.

En se reportant à la figure 17-12 B, ces bandes sont proches du point C représentant le BLANC et constituent un ensemble dont la pente est d'environ  $45^\circ$  par rapport à l'axe des  $x$ . Les deux coordonnées trichromatiques  $x$  et  $y$  peuvent alors être remplacées par une caractéristique qui indique l'éloignement de chaque bande du point C.

Un tel indice de jaune représente physiquement une mesure de la saturation en jaune de l'échantillon. Après mesure de  $x$  et de  $y$ , on détermine l'IJ par lecture d'un diagramme sur lequel se trouvent des bandes parallèles séparées de 0,001 et faisant un angle de  $135^\circ$  par rapport à l'axe des  $x$ . Le point C est situé au centre de la bande et est coté ZERO (0). Les autres bandes sont désignées par 1, 2, 3, ..... en direction du jaune et -1, -2, -3, .... en direction du bleu

L'IJ d'un échantillon correspond au numéro de la bande dans laquelle se trouvent les coordonnées trichromatiques  $x$  et  $y$ . Un IJ élevé signifie une dominance du jaune

L'indice de jaune n'est plus utilisé aujourd'hui sur le plan international.

#### 4-3-4 - L'espace colorimétrique CIELAB 1976.

L'espace CIE 1976 dit "système CIELAB" résulte d'une transformation mathématique du système CIE 1931. Chaque point de couleur se trouve dans un espace euclidien et peut être repéré par :

- Ses coordonnées rectangulaires
  - $L^*$  = clarté ou luminance
  - $a^*$  = composante chromatique rouge - vert
  - $b^*$  = composante chromatique jaune - bleu

- Ou ses coordonnées cylindriques
  - $L^*$  = également la clarté (ou luminance)
  - $C^*$  = la saturation
  - $h$  = l'angle de teinte ou tonalité chromatique

Le signe \* est placé pour différencier les valeurs de celle d'un autre système similaire (système CIELUV) qui n'a pas été retenu.

Dans les espaces CIELAB, le plan de chromaticité présente une forme de poire, avec un centre neutre assez proche de l'extrémité la moins large  
Voir la figure 17-12 C

#### 4-3-5 – Mesure des colorations des polymères et des textiles avec le système $L^*, a^*, b^*$

Le système CIELAB à coordonnées rectangulaire s'est révélé le mieux adapté pour la mesure des colorations de surfaces. Comme ces colorations ne s'écartent pas, en général, très largement du point neutre, le plan de chromaticité a été adapté par création d'un espace strictement circulaire autour de ce point neutre.

Dans ce système les couleurs sont distribuées dans une circonférence, avec les couleurs plus ou moins saturées à la périphérie et le gris au centre. Selon la hauteur de la circonférence sur l'axe des luminances, le centre de la circonférence évolue du noir au blanc (comme dans le système X Y Z)

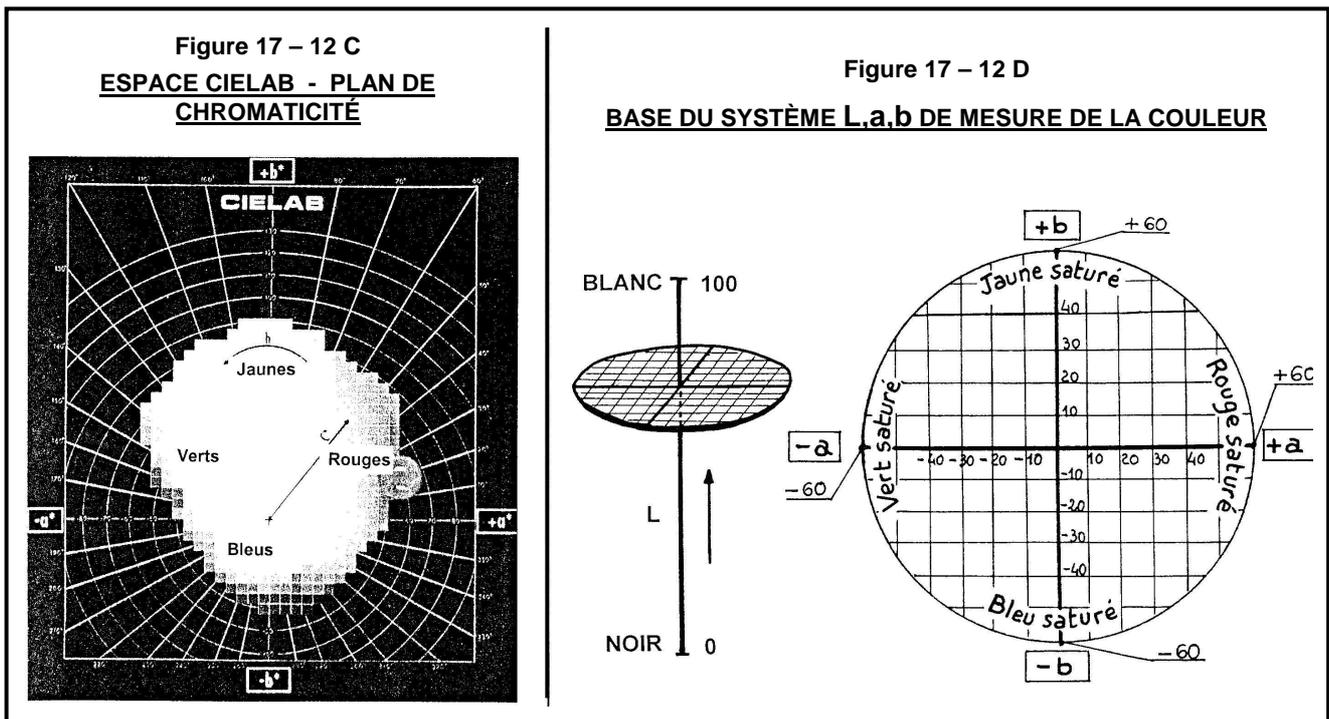
Le colorimètre calcule automatiquement les trois composantes de la couleur, pour une source de lumière illuminante standardisée donnée et en se référant à un échantillon standard. On obtient :

- $L^*$  qui est une mesure de la luminance (image du degré de blanc)
- $a^*$  et  $b^*$  qui représentent la tendance vers le vert/rouge et vers le bleu/jaune.

Voir la figure 17-12 D

Cette méthode est aujourd'hui universellement adoptée. On a par exemple pour un polymère PET pour bouteilles qui doit être particulièrement incolore :

$$L^* = 81 \%, a^* = -1,3 \text{ et } b^* = 0,5$$



## 5 - EXAMEN AUX RAYONS X.

La diffraction des rayons X est employée depuis longtemps pour accéder à la structure des polymères. Nous ne donnerons que quelques indications simplifiées pour en montrer l'intérêt.

Ainsi que l'indique la figure 17-13 on envoie un faisceau de rayons X sur une fibre. Si le polymère est semi-cristallin, les rayons X sont diffractés par les différents plans cristallins des cristaux, en prenant également en compte leur orientation par rapport à l'axe de la fibre. Les rayons diffractés sont recueillis sur une plaque photographique.

La fibre présentant une symétrie de révolution, il existe sur le cliché plan de diffraction des rayons X deux directions particulières :

- la direction équatoriale, perpendiculaire à l'axe de la fibre.
- la direction méridionale, parallèle à l'axe de la fibre.

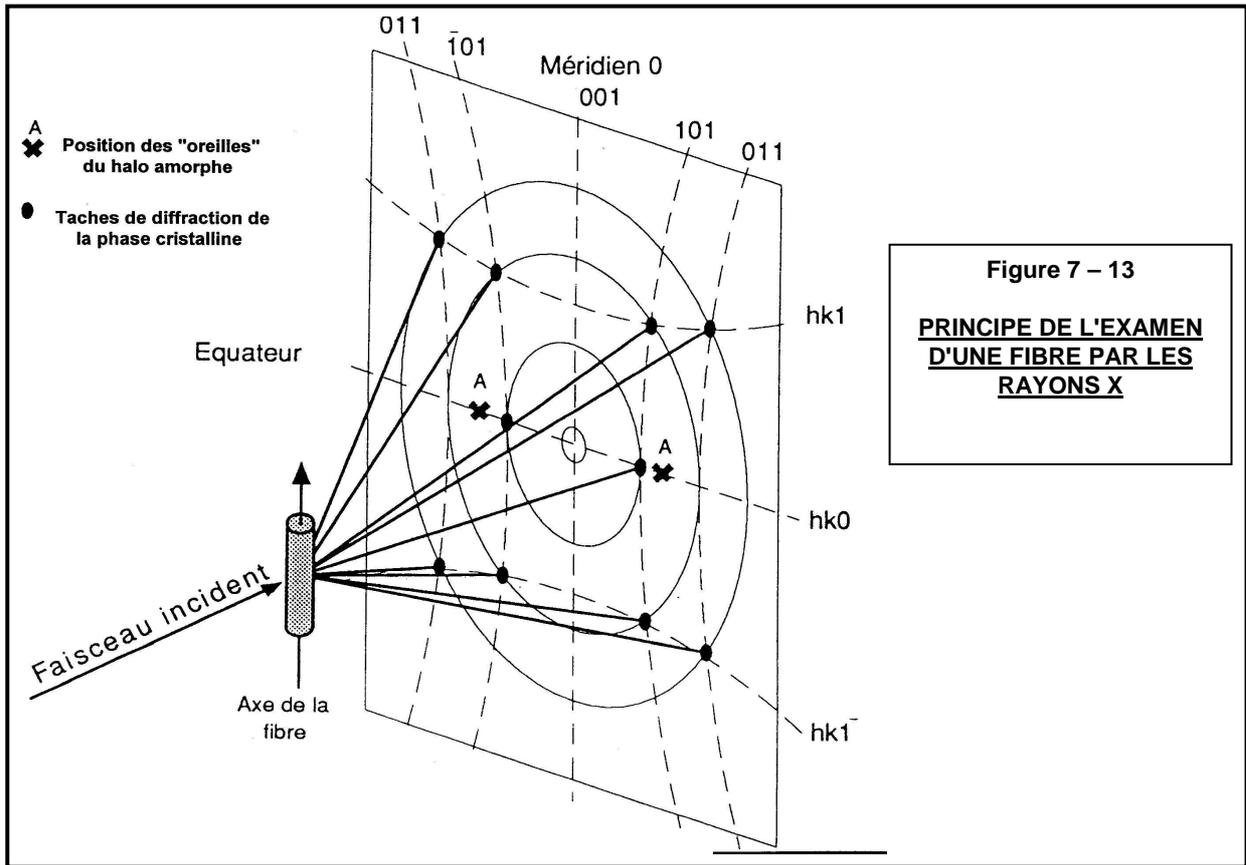


Figure 7 – 13  
**PRINCIPE DE L'EXAMEN  
 D'UNE FIBRE PAR LES  
 RAYONS X**

Si l'échantillon est totalement amorphe et sans orientation particulière, le cliché présente un "halo" uniforme en intensité. Dans le cas des fibres, la partie amorphe présente toujours une certaine orientation par rapport à l'axe de la fibre. Le "halo" n'est plus uniforme en intensité mais présente deux renforcements symétriques dans la zone équatoriale, qu'on appelle les "oreilles" du halo

Voir la figure 17–14 A ci-contre.

Si l'échantillon est totalement cristallisé (hypothèse d'école) et sans orientation particulière on obtient sur le cliché des cercles concentriques. Comme il y a toujours une certaine orientation, les cercles de diffraction d'intensité uniforme deviennent des taches d'autant moins étalées que l'orientation est plus marquée.

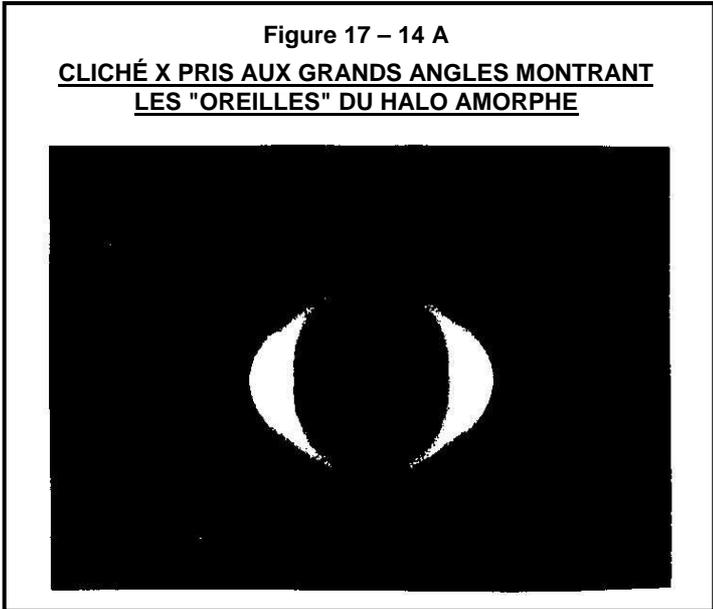


Figure 17 – 14 A  
**CLICHÉ X PRIS AUX GRANDS ANGLES MONTRANT  
 LES "OREILLES" DU HALO AMORPHE**

La diffraction des rayons X est effectuée :

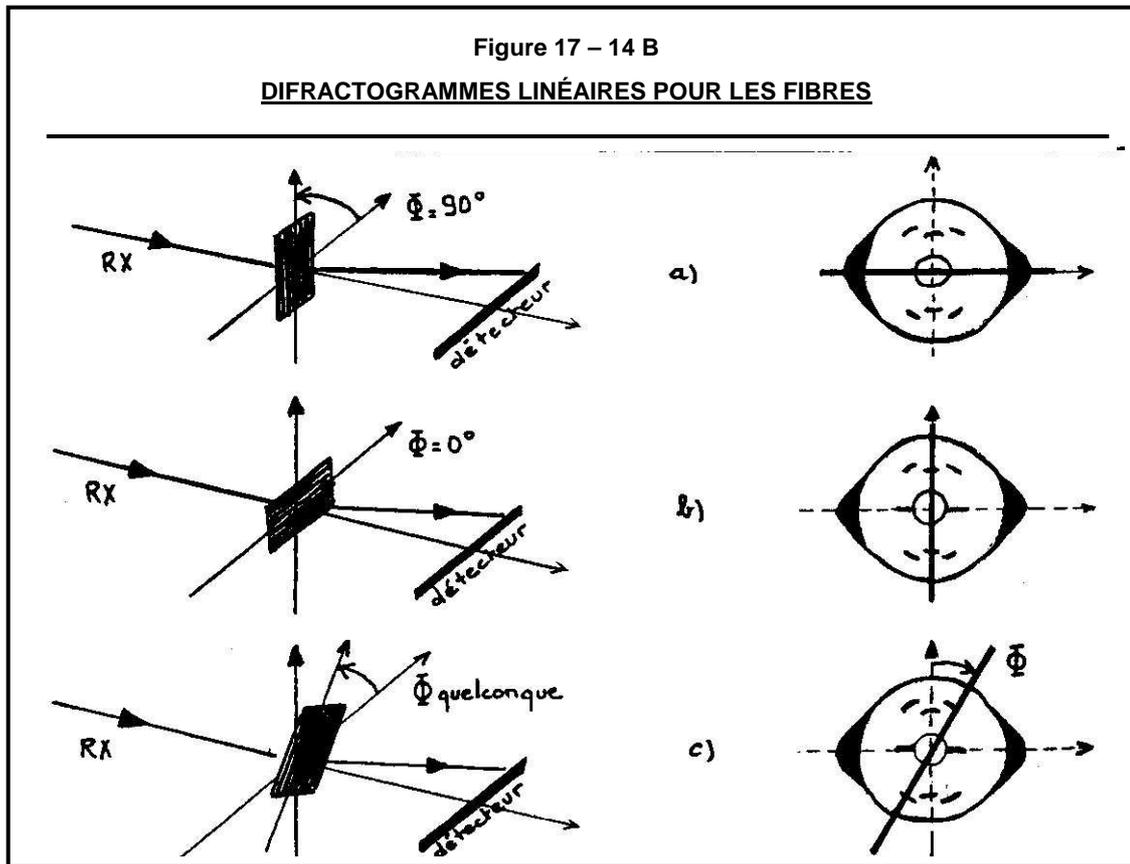
- aux **grands angles** (WAXS) afin d'observer les phénomènes périodiques de l'ordre de quelques angströms dus à l'empilement des entités cristallines à l'intérieur d'un cristal, ce qui donne une idée de la perfection cristalline et de la taille apparente des cristallites.

- aux **petits angles** (SAXS) afin d'observer les phénomènes périodiques de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines d'angströms dus à l'empilement des entités cristallines à l'intérieur d'une matrice, ce qui fournit des informations sur les orientations cristallines et permet le calcul des longues périodes.

Voir la figure 17 –14 B

Figure 17 - 14 B

**DIFRACTOGRAMMES LINÉAIRES POUR LES FIBRES**



**6 - DÉTERMINATION DE LA VISCOSITÉ A L'ÉTAT FONDU D'UN POLYMÈRE THERMOFUSIBLE.**

Strictement parlant cette détermination ne concerne pas les fils et les fibres, objets du chapitre, mais elle est fondamentale pour la manipulation des polymères synthétiques conformables à l'état fondu.

Afin de caractériser les propriétés rhéologiques d'un matériau, dont la connaissance est indispensable pour une bonne réalisation de l'extrusion / filage, il est nécessaire de bien connaître son état en termes de contraintes et de déformation ainsi que leurs évolutions au cours du temps, et cela à des températures bien précises.

On réalise les mesures dans des **rhéomètres** de différents types et, si possible, dans des atmosphères contrôlées de façon à éviter des évolutions du matériau polymérique examiné qui se trouve à des températures élevées à l'état fondu. (dégradation par oxydation par exemple)

On peut classer les rhéomètres en trois catégories selon le type d'écoulement qu'ils mettent en jeu et dont les principes sont représentés sur la figure 17-15 :

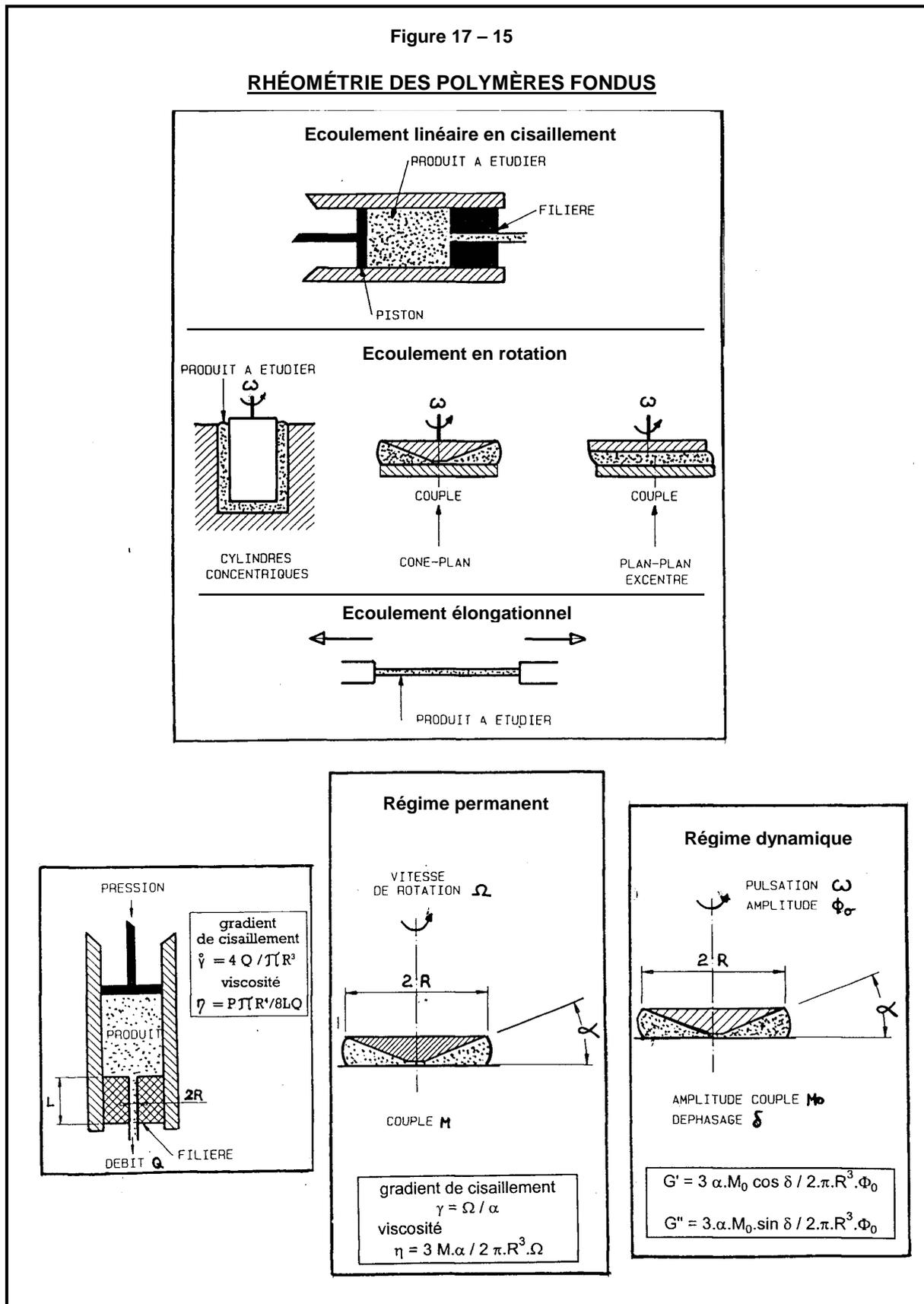
- **1) Ecoulements linéaires en cisaillement.** On extrude le produit fondu par un tube calibré depuis un réservoir thermostaté dans lequel se déplace un piston. L'écoulement peut être créé soit par un déplacement à vitesse imposée du piston, soit par une charge fixe disposée sur le piston (appareil "melt index")  
Ce sont les appareils les plus courants. Le gradient de cisaillement peut varier de  $4 \cdot 10^{-1}$  à  $1,2 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}$  pour des viscosités allant de  $5 \cdot 10^{-2}$  à  $10^7 \text{ Pa.s}$ . En faisant varier le gradient de cisaillement à une température donnée on obtient une courbe donnant la variation de la viscosité apparente.  
Outre les appareils de laboratoire, il existe des appareils de contrôle qui peuvent s'installer en dérivation pour une mesure en continu sur une ligne de polymérisation ou sur l'alimentation d'un métier de filage par exemple. La plus simple de ce type de mesure en ligne peut être basée sur la détermination de la perte de charge dans une tuyauterie de transfert calibrée, de longueur connue et maintenue à une température bien contrôlée.
- **2) Ecoulements en rotation.** On distingue trois grandes familles d'appareils qui sont surtout utilisés dans les laboratoires de R&D :
  - Les rhéomètres à cylindres concentriques - qui sont quelquefois transposés industriellement pour des mesures en continu sur des installations de production.
  - Les rhéomètres de type cône - plan.
  - Les rhéomètres plan - plan - les plans étant le plus souvent excentrés.

Ces rhéomètres peuvent travailler en régime permanent ou en régime dynamique pulsé (sinusoïdal). On a alors accès aux composantes de la viscosité complexe :  $G'$  lié à l'élasticité et  $G''$  lié à la viscosité.

Le gradient de cisaillement peut varier dans une très large plage de  $8 \cdot 10^{-6}$  à  $2,5 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}$ , de même que la viscosité mesurée de  $3 \cdot 10^{-4}$  à  $10^{11} \text{ Pa.s}$  et la fréquence de  $10^{-2}$  à  $10^2 \text{ Hz}$ .

- 3) **Écoulements élongationnels.** Les appareils de laboratoire usuels utilisent un écoulement uniaxial en extension généralement horizontale. L'étude n'est possible que pour les matériaux très visqueux ( $> 10^5$  Pa.s.) pour lesquels la composante de gravité reste négligeable.

Les formules de base qui s'appliquent aux différents rhéomètres se trouvent sur la figure 17-15 ci-dessous.



## 7 – COMPORTEMENT AU FEU ET A LA CHALEUR

Comme les fibres naturelles, les fibres synthétiques peuvent être classées dans les matières combustibles. Les caractéristiques de comportement d'une fibre sont caractérisées par :

- Leur index limite d'oxygène I(LOI = Limited Oxygène Index) et
- Leur température d'ignition spontanée.

**L'index limite d'oxygène** exprime la teneur en oxygène de l'atmosphère dans lequel la fibre est testée et reste encore tout juste combustible.

**La température d'ignition spontanée** est la température la plus basse au dessus de laquelle la fibre testée s'enflamme spontanément..

**Le point de la flamme** est la température la plus basse au dessus de laquelle un produit s'enflamme lorsqu'on l'approche une flamme.

En France ces tests font l'objet des normes NFP 92-503 et 92-504

**Exemple d'appareil pour la mesure de la L.O.I.**



Le comportement au feu des fibres synthétiques est fortement affecté par la structure du produit textile, son état de surface et son grammage (poids/m<sup>2</sup>). Par ailleurs, les mélanges de fibres peuvent révéler des comportements au feu différents des comportements de chacune des fibres composant le mélange.

Les fibres synthétiques qui ne sont pas par elles-mêmes suffisamment résistantes au feu peuvent être améliorées par des apprêts "flamme retardant", mais l'action de ces produits s'atténue généralement fortement dans le temps.

Les fibres qui résistent jusqu'à 500°C sont appelées "fibres résistantes à haute température (Fibre HT)

Les fibres qui restent stables pendant un temps déterminé jusqu'à 300°C sont appelées "fibres résistantes à la chaleur".

On trouve dans ce groupe les fibres de polyimide (P84), de polybenzimidazole, d'aramide (Nomex) et de novoloïd (Kynol).

QUELQUES VALEURS DE L.O.I. (% en O <sub>2</sub> )					
Polyacrylique	17-18	Laine	24-25	PPS	43
Acétate	17-19	Nomex	27-28	PVDF	44
Polypropylène	18-20	Kynol	29-35	Polyetherimide	44
Coton	18-20	PEEK	30	Fibre de carbone	
PA 6	20	Viscose	30	Chlorure de polyvinylidène	50-60
PA 66	20-22	Kevlar	31	PBO	68
PBT	21	Kermel	32	Polytétrafluoroéthylène	95
PET	21	Polyimide P 84	37-38		

QUELQUES VALEURS DE POINT DE FLAMME ET DE TEMPÉRATURE SPONTANÉE D'IGNITION (°C)		
Coton	288	350
Laine		
Polyamide 6	354	425
Polyester	372	485
Polyacrylique	245	465
Polypropylène	242	420
PTFE (Téflon)	-	> 600
Élasthanne	-	415
Nomex	< 500	< 600

## ANNEXE UNE

### COMPLÉMENTS SUR LES ÉQUIVALENCES ENTRE CERTAINES UNITÉS DE MESURES TEXTILES

(Complément à la figure 8 - 3 du chapitre HUIT)

♦ Unités de titre.

Transformation de Nm en dtex 1 dtex =  $10^4$  / Nm

Transformation d'un titre en dtex en diamètre  $\Phi$  du brin

$$\Phi (\mu\text{m.}) = \sqrt{(127,323 \cdot \text{dtex}) / (d (\text{g} / \text{cm}^3))}$$

♦ Unités de force.

Transformation g. en cN 1 g. = 1,019 cN

♦ Unités de pression.

Transformation daN / cm<sup>2</sup> en bar 1 daN / cm<sup>2</sup> = 1 bar

Transformation bar en pascal (Pa) 1 bar =  $10^5$  Pa

Transformation kgf / cm<sup>2</sup> en daN / cm<sup>2</sup> 1kgf / cm<sup>2</sup> = 1,019 daN / cm<sup>2</sup>

♦ Unités d'énergie

Transformation erg en kgf / cm<sup>2</sup> 1 erg =  $0,981 \cdot 10^{-8}$  kgf / cm<sup>2</sup>

Transformation erg en joule (J) 1 erg =  $10^{-7}$  J

## ANNEXE DEUX

### A) - NORME INTERNATIONALE ISO No 1043 SUR LES SYMBOLES DES POLYMÈRES ET DES MATIÈRES PLASTIQUES (Deuxième édition du 15/12/1978 - Extraits)

La norme internationale ISO 1043 - 1978 a été approuvée par les Comités Membres d'une trentaine de pays dont la FRANCE, l'ALLEMAGNE (RFA à l'époque), le ROYAUME UNIS et les USA. On trouve encore cependant des abréviations différentes de celles de la norme ISO qui résultent de normes plus anciennes.

#### 1 - HOMOPOLYMÈRES ET POLYMÈRES NATURELS. (On ne donne que les plus usuels)

<b>CA</b>	Acétate de cellulose	<b>PVAC</b>	Poly(acétate de vinyle)	<b>PCTFE</b>	Poly(chlorotrifluoroéthylène)
<b>CAB</b>	Acétobutyrate de cellulose	<b>PETP</b>	Poly(éthylène téréphtalate)	<b>PE</b>	Polyéthylène
<b>CMC</b>	Carboxyméthylcellulose		<b>PET</b> admis	<b>PUR</b>	Polyuréthane
<b>CN</b>	Nitrate de cellulose	<b>PF</b>	Phénol-formaldéhyde		<b>PU</b> admis
<b>CS</b>	Caséine	<b>PIB</b>	Poly(isobutylène)	<b>PEOX</b>	Poly(éthylène oxyde)
<b>EP</b>	Époxyde	<b>PMMA</b>	Poly(métacrylate de méthyle)		<b>POEG</b> admis
<b>MF</b>	Mélamine-Formaldéhyde	<b>PP</b>	Polypropylène	<b>PVAL</b>	Poly(alcool de vinyle)
<b>PA</b>	Polyamide	<b>PPOX</b>	Polypropylène oxyde		<b>PVA</b> admis
<b>PB</b>	Polybutène	<b>PPSU</b>	Polyphénylène sulfone	<b>PVDC</b>	Poly(chlorure de vinylidène)
<b>PBTP</b>	Poly(butylène téréphtalate)		<b>PPS</b> admis	<b>PVP</b>	Poly(vinylpyrrolidone)
	<b>PBT</b> admis	<b>PS</b>	Polystyrène	<b>PVF</b>	Poly(fluorure de vinyle)
<b>PC</b>	Polycarbonate	<b>PTFE</b>	Poly(tétrafluoroéthylène)	<b>UF</b>	Urée-formaldéhyde

- |   |                      |
|---|----------------------|
| a) - Polymère de l'ε caprolactame.....  | <b>PA 6</b>          |
| b) - Polymère de l'hexaméthylène diamine et de l'acide adipique.....                    | <b>PA 6-6</b>        |
| c) - Polymère de l'hexaméthylène diamine et de l'acide sébacique .....                  | <b>PA 6-10</b>       |
| d) - Polymère de l'acide amino-11 undécanoïque.....                                     | <b>PA 11</b>         |
| e) - Polymère du dodécanolactame.....   | <b>PA 12</b>         |
| f) - Copolymère de l'hexaméthylène diamine, de l'acide adipique et de l'acide sébacique | <b>PA 6-6 / 6-10</b> |
| g) - Copolymère de a) et de e).....   | <b>PA 6 / 12</b>     |

#### 2 - MATERIAUX COPOLYMÈRES.

**ABS** - Acrylonitrile / Butadiène / Styène

**E / P** - Ethylène / Propylène

**S / B** - Styène / Butadiène

**VC / MA** - Chlorure de vinyle / Acrylate de méthyle

**A / S / A** - Acrylonitrile / Styène / Acrylate de Me

**MPF** - Mélamine / Phénol / Formaldéhyde

**VC / E** - Chlorure de vinyle / Ethylène

### B - CODE BISFA - ISO No 2076 de 2009

<b>CA</b>	Acétate	<b>PA</b>	Polyamide	<b>EME</b>	Élastomultiester
<b>PAN</b>	Fibre acrylique	<b>PES</b>	Polyester *	<b>PTFE</b>	Fluorofibre
<b>ALG</b>	Alginate	<b>PI</b>	Polyimide	<b>GF</b>	Fibre de verre
<b>AR</b>	Aramide	<b>PLA</b>	Poly lactide	<b>CLY</b>	Lyocell
<b>CF</b>	Fibre de carbone	<b>PP</b>	Polypropylène	<b>MF</b>	Mélamine
<b>CEF</b>	Fibre de céramique	<b>CTA</b>	Triacétate	<b>MTF</b>	Fibre de métal
<b>CLF</b>	Chlorofibre	<b>CV</b>	Viscose	<b>MAC</b>	Fibre modacrylique
<b>CUP</b>	Fil cupro	<b>PVAL</b>	Vinylal	<b>CMD</b>	Modal
<b>EL</b>	Élasthanne	<b>ED</b>	Élastodiène	<b>EOL</b>	Élastoléfine

\* Inclus **PET**, **PBT**, **PTT** et **PEN**

---