

CHAPITRE VINGT SIX

EXERCICE RÉCAPITULATIF SUR LE FILAGE HAUTE VITESSE D'UN POLYCONDENSAT THERMO-FUSIBLE SEMI CRISTALLIN

INTRODUCTION ET ÉNONCÉ

- ◆ RHÉOLOGIE ET FUSION D'UN POLYMÈRE.
- ◆ TRANSFERT A L'ÉTAT FONDU.
- ◆ ÉQUILIBRE CHIMIQUE A L'ÉTAT FONDU.
- ◆ EXTRUSION ET REFROIDISSEMENT.
- ◆ ENSIMAGE.
- ◆ RENVIDAGE SUR UN BOBINOIR.
- ◆ STRUCTURE ET PROPRIÉTÉS DES FILS.
- ◆ OPTIMISATION D'UN PROCÉDÉ DE FILAGE.

INTRODUCTION

Avertissement : L'objectif de cet exercice est d'examiner numériquement les différents aspects du filage haute vitesse d'un polymère thermo-fusible semi-cristallin à partir de granulés solides. Les valeurs numériques qui figurent dans les différentes questions sont cohérentes et proches de valeurs réelles mais elles ne correspondent pas à un polymère défini. Le polymère, support des questions, est un polycondensat fusible qui présente certaines propriétés d'un polyamide et d'autres d'un polyester. Les valeurs technologiques sont également proches de la réalité mais ne se rattachent pas à un procédé précis.

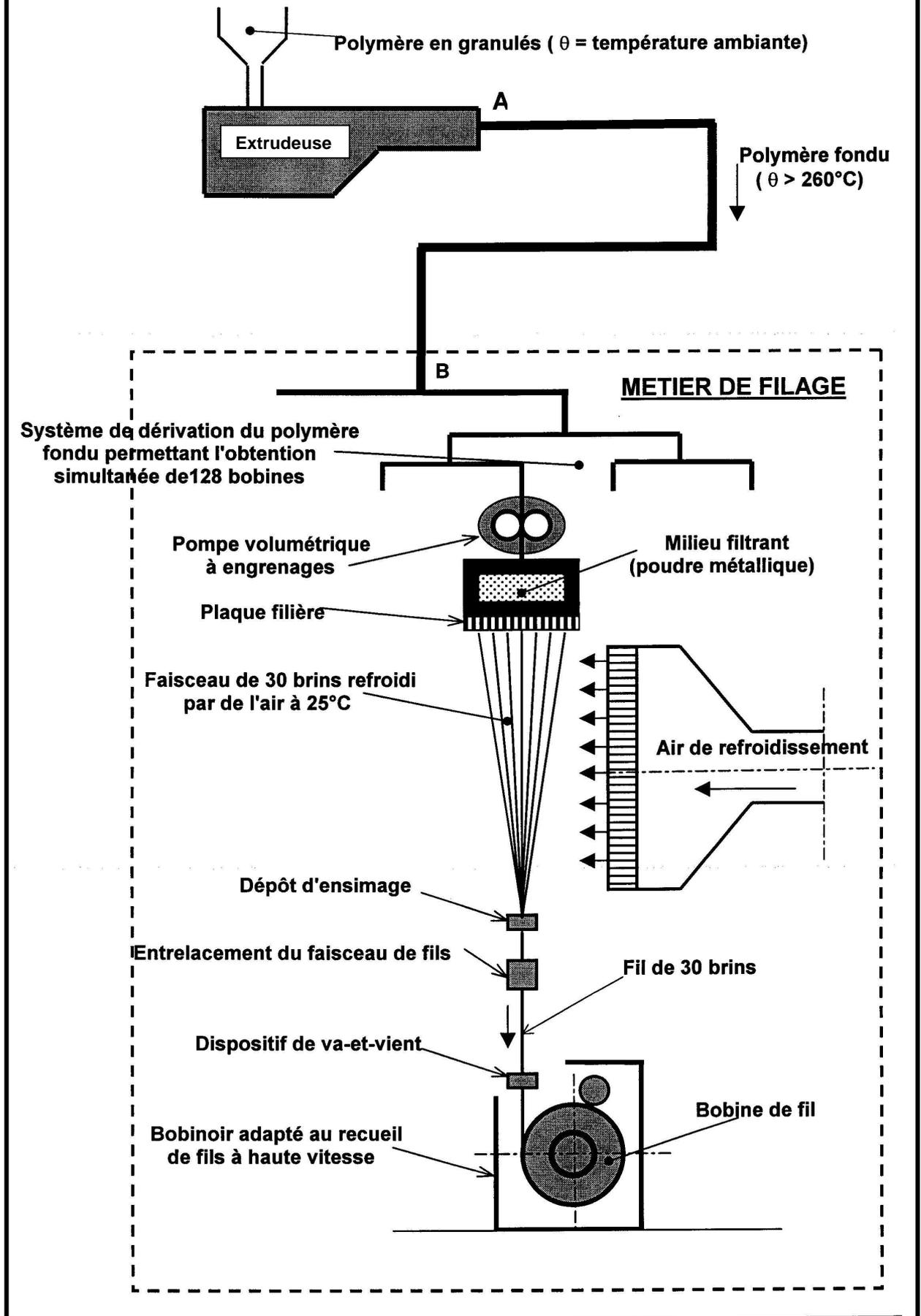
Il s'agit essentiellement de prendre conscience des phénomènes mis en jeu ainsi que de leurs ordres de grandeur.

+++++

On veut utiliser le matériel représenté sur le schéma de la page suivante pour produire simultanément 128 fils de 30 brins chacun selon un procédé de filage direct à haute vitesse. L'installation comprend les éléments suivants :

- Un stockage de polymère en granulés ayant ou non été soumis à un séchage préalable.
- Une extrudeuse qui réalise la fusion des granulés.
- Une tuyauterie de liaison entra l'extrudeuse et le métier de filage (tuyauterie **A – B**) dont la longueur est de 12,4 m.
- Des dérivations successives à l'entrée du métier de filage qui permettent au polymère fondu d'arriver aux différentes positions de filage.
- Des pompes volumétriques à engrenages qui permettent de délivrer des quantités précises de polymère fondu sur chaque position de filage.
- Des milieux filtrants constitués par des lits de poudres métalliques très fines.
- Des plaques filières qui comportent des zones de perçage de 30 trous circulaires de 0,32 mm. de diamètre.
- Des dispositifs de soufflage d'air à 25°C et H.R. contrôlé pour refroidir les brins extrudés.
- Des dispositifs de dépôt d'ensimage sur chaque fil.
- Des dispositifs d'entrelacement des fils de 30 brins.
- Des dispositifs de récupération des fils obtenus, sous forme de bobines, à la vitesse linéaire de 5 500 m./ min. (dispositifs dénommés "bobinoirs")

SCHÉMA D'ENSEMBLE DU SYSTÈME ÉTUDIÉ



ÉNONCÉ DES QUESTIONS

1 – PREMIÈRE SÉRIE DE QUESTIONS

On réalise à l'aide d'un rhéomètre capillaire, à capillaire long, une série de mesures à deux températures différentes : 280 et 290°C, sur le polymère convenablement séché avant la fusion. Par évolution du débit d'extrusion, on fait varier le gradient apparent à la paroi du capillaire $\dot{\gamma} = 4.Q / \pi.R^3$.

On détermine la contrainte apparente de cisaillement $\tau = R.\Delta P / 2L$

| | |
|---|---------------------------------|
| $\dot{\gamma}$ = gradient apparent à la paroi | s ⁻¹ |
| τ = contrainte de cisaillement | Pa |
| R = rayon du capillaire | m. |
| L = longueur du capillaire | m. |
| ΔP = perte de charge dans le capillaire | Pa |
| Q = débit volumique de polymère | m ³ .s ⁻¹ |

On calcule alors la viscosité dynamique apparente $\eta_a = \tau / \dot{\gamma}$

On obtient les résultats suivants :

| $\dot{\gamma}$ (s ⁻¹) | Expérience à 280°C | | Expérience à 290°C | |
|--------------------------------------|----------------------|-----------------|----------------------|-----------------|
| | τ (Pa) | η_a (Pa.s) | τ (Pa) | η_a (Pa.s) |
| 10 | 5,64 10 ³ | 564 | 3,16 10 ³ | 316 |
| 20 | 1,13 10 ⁴ | 565 | 6,36 10 ³ | 318 |
| 50 | 2,75 10 ⁴ | 564 | 1,54 10 ⁴ | 296 |
| 70 | 3,75 10 ⁴ | 560 | 2,07 10 ⁴ | 310 |
| 100 | 4,80 10 ⁴ | 550 | 2,80 10 ⁴ | 300 |
| 200 | 7,90 10 ⁴ | 395 | 4,40 10 ⁴ | 215 |
| 400 | 1,21 10 ⁵ | 300 | 6,95 10 ⁴ | 172 |
| 700 | 1,80 10 ⁵ | 257 | 1,05 10 ⁵ | 150 |
| 1 000 | 2,25 10 ⁵ | 225 | 1,30 10 ⁵ | 130 |
| 2 000 | 3,50 10 ⁵ | 175 | 2,05 10 ⁵ | 102 |
| 5 000 | 6,20 10 ⁵ | 124 | 3,90 10 ⁵ | 78 |
| 10 000 | 1,00 10 ⁶ | 100 | 6,05 10 ⁵ | 60 |
| 20 000 | 1,55 10 ⁶ | 77,5 | 9,12 10 ⁵ | 45 |

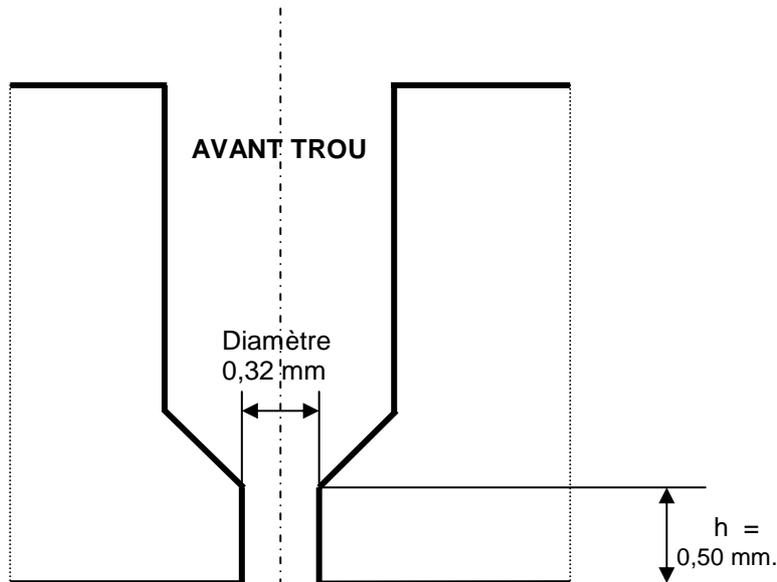
- 1 – 1 – Tracer sur un diagramme log/log la relation $\tau = f(\dot{\gamma})$, tracer également sur un autre diagramme log/log la relation $\eta_a = f(\dot{\gamma})$.
- 1 – 2 – A quel type de comportement rhéologique se rapporte les courbes obtenues ?
- 1 – 3 – Etablir la loi de puissance pour le polymère à 280°C entre 200 et 20 000 s⁻¹
- 1 – 4 – Quelles remarques peut-on faire à propos du tracé du graphe $\eta_a = f(\dot{\gamma})$?

2 – DEUXIÈME QUESTION.

Avant d'extruder le polymère fondu par des orifices dont la forme est donnée sur la figure ci-dessous, celui-ci passe dans un dispositif de filtration constitué par un lit de poudre métallique très fine qui provoque une perte de charge initiale de 120 bar.

2 - 1 – En admettant que l'intégralité de l'énergie mécanique se transforme en chaleur, quelle élévation maximale de température peut subir le polymère par passage dans le lit filtrant ?

| | | |
|------------|---|---------------------------|
| On donne : | Cp (chaleur spécifique) à l'état fondu | 0,50 kcal / kg, °C |
| | ρ (masse volumique) à l'état fondu | 1 210 kg / m ³ |



3 – TROISIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Par une pompe volumétrique à engrenages, on fait parvenir un débit de 60 g./ minute de polymère fondu sur chacune des trois zones de 30 trous d'extrusion d'une filière, de façon à obtenir trois fils constitué chacun par trente brins unitaires.

Le schéma en coupe d'un orifice d'extrusion ainsi que les dimensions nécessaires sont donnés à la 2^{ème} question.

3 – 1 – Quel est le gradient de cisaillement apparent à la paroi dans le trou d'extrusion ? Quel est le gradient corrigé ?

3 – 2 – Quelle est la vitesse moyenne d'extrusion en m./ min. à la sortie du trou d'extrusion ?

3 – 3 – Quel est le régime d'écoulement dans le trou d'extrusion, évalué d'après le nombre de REYNOLDS, en considérant une viscosité apparente de l'ordre de 80 Pa.s. ?

3 – 4 – Avec cette même viscosité, quelle est la perte de charge qui résulte du passage du polymère dans le trou d'extrusion ? On négligera les effets de bout qui sont cependant très importants dans ce cas d'un "capillaire" ultra court. Quel échauffement supplémentaire peut subir le polymère par transformation à 100% de l'énergie mécanique en chaleur ?

4 – QUATRIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

4 - 1 – D'après la réponse à la question 1 - 3 qui définit le comportement rhéologique du polymère fondu par une loi de puissance, tracer le profil de vitesse dans le trou d'extrusion. Comparer avec le profil de vitesse d'un fluide newtonien.

4 - 2 – A votre avis que devient le profil de vitesse à la sortie du trou de filière ?

On rappelle que, d'une façon générale, pour un fluide d'indice de pseudo-plasticité n qui s'écoule dans une tuyauterie cylindrique de rayon R , la vitesse maximale V_0 au centre de la tuyauterie s'exprime par

$$V_0 = [Q / \pi \cdot R^2] \cdot [(3n + 1) / (n + 1)]$$

| | |
|-------|---|
| Q | = débit volumique en m ³ /s. |
| V_0 | = vitesse maximale à l'axe en m/s. |
| R | = rayon de la tuyauterie en m. |

Par ailleurs, la vitesse V en un point situé sur un rayon r est donné par :

$$V = V_0 \cdot [1 - (r/R)^{n+1/n}]$$

Pour un fluide newtonien on a par définition : $n = 1,0$

5 – CINQUIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Sur un polymère de masse moléculaire plus faible que celui examiné à la 1^{ère} question, on réalise une autre série de mesures de viscosimétrie à l'état fondu avec un rhéomètre à capillaire long et à 290°C. Le polymère a été convenablement séché avant la fusion. On obtient les résultats suivants :

| γ (s ⁻¹) | Expérience à 290°C | |
|-----------------------------|----------------------|-----------------|
| | τ (Pa) | η_a (Pa.s) |
| 10 | 1,24 10 ³ | 124,6 |
| 20 | 2,60 10 ³ | 130,1 |
| 50 | 3,88 10 ³ | 129,2 |
| 70 | 8,65 10 ³ | 123,6 |
| 100 | 1,26 10 ⁴ | 125,7 |
| 200 | 2,52 10 ⁴ | 126,3 |
| 400 | 4,51 10 ⁴ | 112,7 |
| 700 | 6,31 10 ⁴ | 90,1 |
| 1 000 | 8,13 10 ⁴ | 81,3 |
| 2 000 | 1,27 10 ⁵ | 63,5 |
| 5 000 | 2,30 10 ⁵ | 46,1 |
| 10 000 | 3,64 10 ⁵ | 36,5 |
| 20 000 | 5,57 10 ⁵ | 27,8 |

On reprend alors les résultats traités à la 1^{ère} question à 280 et 290°C et les résultats ci-dessus. On désigne par η_0 la viscosité dans la zone newtonienne et par η la viscosité pour un gradient de cisaillement γ quelconque.

5 - 1 – Sur un diagramme log/log représenter pour les trois expériences la fonction :

$$\eta / \eta_0 = f(\eta_0 \cdot \gamma)$$

5 - 2 – Quel est à votre avis l'intérêt d'une telle représentation ? Quelle est la signification du produit de la viscosité newtonienne par le gradient à la paroi [$\eta_0 \cdot \gamma$] ?

6 – SIXIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

On désire mettre en évidence les facteurs qui influent sur la filabilité d'un polymère : soit la filabilité ne dépend que de la viscosité dynamique, soit elle dépend d'une combinaison de la viscosité dynamique et de la visco-élasticité du polymère fondu.

Dans ce but on examine 8 polymères et copolymères qui appartiennent à la même famille sur lesquels on réalise 3 séries de mesures :

- **Evaluation de la filabilité.** Dans les mêmes conditions de température, débit et refroidissement, on extrude les 8 polymères sur une installation pilote de filage, en augmentant progressivement la vitesse de renvidage jusqu'à obtenir la casse des filaments. On renouvelle plusieurs fois l'expérience pour chaque polymère de façon à déterminer une valeur moyenne probable.
- **Viscosité dynamique.** Elle est obtenue avec un viscosimètre capillaire à 290°C.
- **Viscosité-élasticité.** Avec un viscosimètre cône / plan en écoulement continu, on mesure au gradient de 70 s⁻¹ :
 - la contrainte tangentielle τ_{12} qui est représentative de la viscosité.
 - la première différence des contraintes normales $\tau_{11} - \tau_{22}$ qui est représentative de l'élasticité.

On calcule alors le nombre de WEISSENBERG (sans dimension) qui est le rapport de la force normale à la contrainte : $(\tau_{11} - \tau_{22}) / \tau_{12}$

Les copolymères sont obtenus par introduction au début de la polycondensation de quelques moles% d'un monomère bifonctionnel différent de celui qui constitue essentiellement le polymère linéaire.

Les polymères ramifiés sont obtenus par introduction de 0,2 à 1,0 mole% d'un agent réactif trifonctionnel générateur de branchements. Les quantités introduites et les conditions opératoires ne sont pas suffisantes pour atteindre le point de gel.

L'ensemble des résultats est regroupé dans le tableau suivant :

| | V. max de filage en m./ min. | η à 290°C en Pa.s. | Nb de WEISSENBERG |
|-----------------------|---------------------------------|----------------------------|----------------------|
| Polymère D linéaire | 5 700 | 140 | 0,22 |
| Polymère E linéaire | 5 450 | 160 | 0,28 |
| Polymère F linéaire | 4 725 | 280 | 0,34 |
| Polymère G copolymère | 5 725 | 210 | 0,20 |
| Polymère H copolymère | 5 650 | 200 | 0,21 |
| Polymère I ramifié | 4 850 | 140 | 0,40 |
| Polymère J ramifié | 4 400 | 140 | 0,60 |
| Polymère K ramifié | 3 700 | 140 | 1,50 |

6 - 1 – Rappeler le fonctionnement d'un rhéomètre cône-plan en régime continu. Quelle est la signification du nombre de WEISSENBERG et du concept d'élasticité du polymère dans le contexte du filage ?

6 - 2 – Tracer les graphes :

- Vitesse maximale de filage = f (viscosité newtonienne η_{290})
- Vitesse maximale de filage = f (nombre de WEISSENBERG)

Que peut-on observer ?

7 – SEPTIÈME SÉRIE DE QUESTIONS

On utilise le polymère étudié à la 5^{ème} question pour produire du fil. On choisit une température moyenne de transfert de 285°C. A cette température la viscosité newtonienne dynamique est de 150 Pa.s.

Le métier de filage doit produire 128 fils de 30 brins chacun avec un débit de 60 g./ min par fil comme nous l'avons vu à la 3^{ème} question. La pression à l'entrée du métier doit être de 45 bar pour avoir un bon gavage des pompes de titrage à engrenages. Par ailleurs la pression au nez de l'extrudeuse ne peut pas dépasser 100 bar.

7 - 1 – Quel diamètre faut-il donner à la tuyauterie de transfert A-B d'une longueur de 12,4 m ?

On désire étudier plus précisément les phénomènes qui interviennent dans la formation de la perte de charge lors de l'écoulement d'un fluide visqueux dans une tuyauterie.

Par rapport à l'hypothèse simple d'une viscosité newtonienne constante dans toute la tuyauterie (qui est utilisée pour résoudre la question 7 - 1 ci-dessus), il convient d'ajouter deux phénomènes qui conduisent à des effets inverses :

- une influence de la pression sur la viscosité, que l'on nomme piézo-dépendance, qui conduit à une augmentation de la viscosité newtonienne pour des pressions croissantes.

Pour le polymère considéré on peut écrire :

$$\eta_p = \eta_0 \cdot \exp(1,1 \cdot 10^{-8} \cdot P)$$

| | |
|----------|-----------------------------------|
| η_p | = viscosité sous la pression P |
| η_0 | = viscosité sous la pression atm. |
| P | = pression en Pa |

- une influence du cisaillement qui provoque une élévation de température comme nous l'avons vu à la 3^{ème} question, donc un abaissement de la viscosité newtonienne. Pour le polymère en question on peut écrire :

$$\eta_T = \eta_0 \cdot \exp[12 \cdot 945 \cdot [(1/T) - (1/558)]]$$

| | |
|----------|-----------------------------|
| η_T | = viscosité à T K |
| η_0 | = viscosité à 558 K = 285°C |
| T | = température en K |

7 - 2 – En reprenant la température de transfert choisie de 285°C comme température d'entrée dans la tuyauterie et en calculant celle qui résulte de l'auto-échauffement par cisaillement comme température de sortie, déterminer, sans tenir compte de l'effet de la pression, la viscosité à la sortie de la tuyauterie.

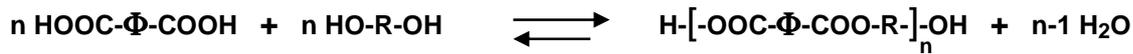
7 - 3 – Reprendre les viscosités d'entrée et de sortie en tenant compte de l'effet de la pression. Quelle conclusion peut-on tirer sur la précision du calcul du diamètre de tuyauterie précédemment réalisé ?

8 – HUITIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

On traite un polyester linéaire dont la formule générale est la suivante :



Il est obtenu par la réaction de polycondensation **équilibrée** suivante dont la constante d'équilibre possède une très faible valeur, ce qui signifie qu'il faut impérativement éliminer le maximum d'eau H₂O pour avancer dans le sens positif \longrightarrow



On a, par ailleurs, obtenu la relation suivante entre la masse moléculaire moyenne en nombre \overline{Mn} et la viscosité intrinsèque **V.I.** déterminée en solution et exprimée en dl./g. :

$$\overline{Mn} = 38\,500 \cdot (\text{V.I.})^{1,32}$$

8 - 1 – On met en œuvre un polyester non séché de ce type et contenant 809 ppm d'eau. En admettant que la totalité de l'eau intervienne dans une réaction d'hydrolyse au cours de la fusion dans une extrudeuse par exemple, quelle V.I. obtiendra t-on après fusion si la V.I. initiale est de 0,660 ?

8 - 2 – Etablir la formule générale :

$$\text{V.I. finale} = f(\text{V.I. initiale et nombre de ppm d'eau})$$

8 - 3 – Sur le polymère après refusion on dose une teneur de 37,5 groupements terminaux --COOH exprimés en groupements par tonne (1 gt --COOH = 45 g.). Quelle teneur en groupements terminaux --OH devrait-on trouver ? (1 gt --OH = 17 g.).

On admettra que les groupements terminaux sont uniquement constitués de --COOH et de --OH.

9 – NEUVIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

On suppose qu'à la place du polyester de la 8^{ème} question, on utilise un polyamide linéaire de formule générale :



Ce polyamide est obtenu par la réaction de polycondensation **équilibrée** suivante :



masse du motif : 254 g.

Dans ce cas la constante d'équilibre possède une valeur non négligeable à la température de préparation par polycondensation et de refusion (que pour simplifier nous supposons être la même) :

$$K_c = \frac{[\text{-CONH-}] \cdot [\text{H}_2\text{O}]}{[\text{-COOH}] \cdot [\text{-NH}_2]} = 119,3 \text{ à } 285^\circ\text{C}$$

Les concentrations sont exprimées en nombre de groupements par m³.

Le polymère initial présente les caractéristiques de base suivantes :

$$\overline{Mn} = 15\,000$$

$$\text{Masse du motif} = 254 \text{ g.}$$

$$\text{H}_2\text{O} = 0,117\% \text{ en poids à l'équilibre à } 285^\circ\text{C}$$

$$\text{Masse volumique à } 285^\circ\text{C} : \rho = 1000 \text{ kg/m}^3$$

9 - 1 – Le polyamide décrit est séché jusqu'à une teneur de 117 ppm d'eau. Il est fondu dans une extrudeuse à 285°C puis transféré à la même température par une tuyauterie : l'ensemble constitue un système clos. On constate une forte augmentation de la viscosité de ce polymère à 285°C. Expliquer ce phénomène.

9 - 2 – Sur le polymère après extrusion on dose :

$$\text{- H}_2\text{O} = 509 \text{ ppm}$$

$$\text{- Groupements --COOH} = 56,2 \text{ par tonne.}$$

Quelle est la \overline{Mn} atteinte dans ce cas ?

Par simplification on considérera que la concentration $[\text{-CONH-}]$ est constante quelle que soit l'évolution du polymère.

10 – DIXIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

En considérant les courbes ci-dessous :

- **Figure Q1 :** Evolution de la température des brins en dessous de la filière pour une vitesse de renvidage de 5 500 m./min.
- **Figure Q2 :** Evolution de la vitesse des brins en dessous de la filière pour les vitesses de renvidage de 1 000 et 5 500 m./min.

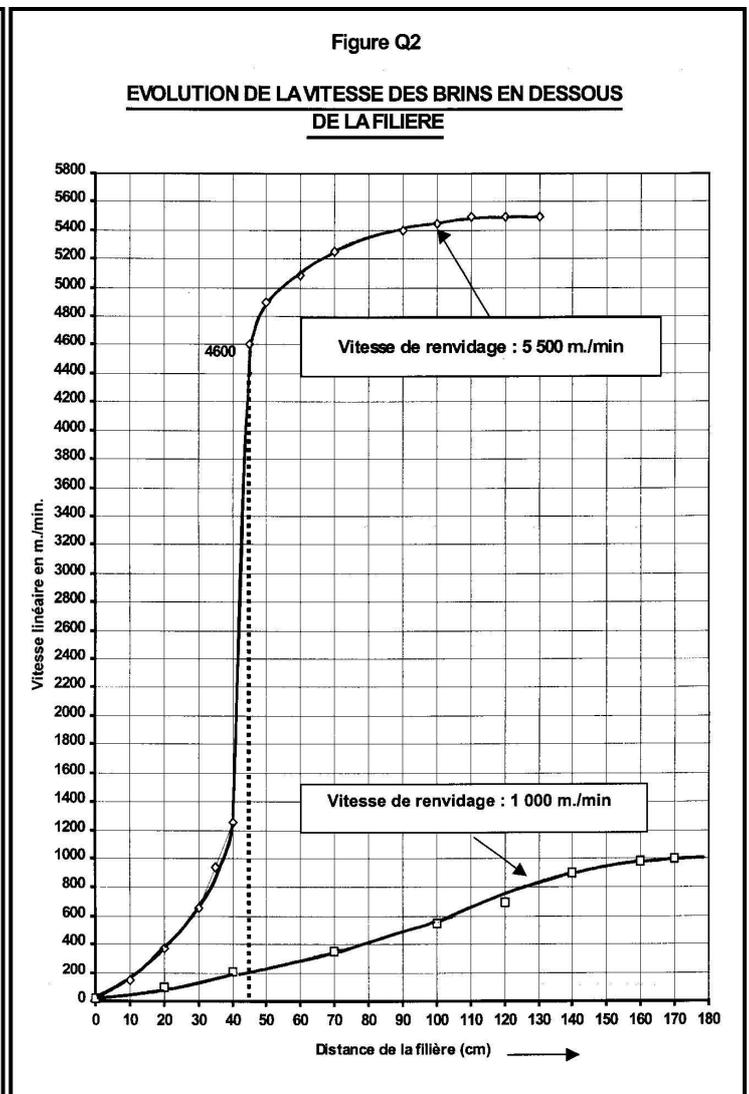
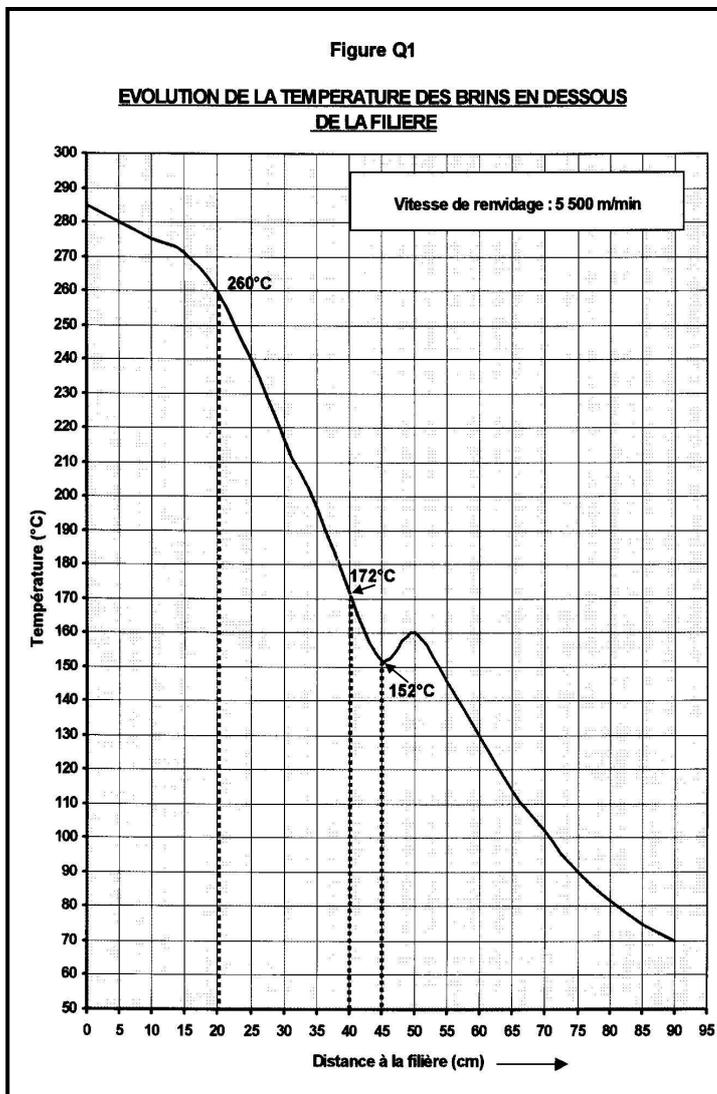
10 - 1 – Quelle est approximativement la vitesse de refroidissement, exprimée en °C / seconde, pour un renvidage à 5 500 m./min, dans la zone comprise entre la sortie de la filière et 20 cm en dessous ?

On prendra comme vitesse linéaire pour le calcul de la durée du refroidissement, la moyenne entre la vitesse d'extrusion à la sortie de la filière et la vitesse à la distance de 20 cm. De cette filière.

10 - 2 – Même question pour la zone comprise entre 40 et 45 cm sous la filière.

10 - 3 – Quelle est l'accélération moyenne en m./ s.s. et en g que subit la matière en cours de refroidissement dans la zone située entre 40 et 45 cm en dessous de la filière pour une vitesse de renvidage de 5 500 m./ min. ?

Rappel : $1g = 9,81 \text{ m./ s}^{-2}$



11 – ONZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Considérons un élément de brin situé à 40 cm. sous la filière et d'une longueur égale à 5 mm. On admettra par simplification que cet élément de volume est rigoureusement cylindrique.

On trouve dans la littérature une expression expérimentale qui donne le coefficient de transfert thermique h entre le brin et l'air de refroidissement :

$$h = K_1 \cdot S^{-0,334} \cdot V_F^{0,334} \cdot [1 + (8 \cdot Va / V_F)^2]^{0,167}$$

$$K_1 = 0,473 \cdot 10^{-4} \quad \text{si on a :} \quad \left\{ \begin{array}{l} h = \text{coefficient de transfert exprimé en cal./ cm}^2, \text{ s}, ^\circ\text{C} \\ S = \text{section du brin en cm}^2. \\ V_F = \text{vitesse linéaire du brin en cm./ s.} \\ Va = \text{vitesse de l'air de refroidissement perpendiculairement au brin en cm./ s.} \end{array} \right.$$

11 - 1 – Calculer le facteur qui permet de transformer h exprimé en cal./ cm², s, °C en h exprimé en kcal / m², h, °C.

11 - 2 – Si l'on exprime S, Va et V_F en unités S.I. (m² et m./ s.) :

- Calculer le facteur K₂ pour obtenir h en kcal./ m², h, °C.
- Calculer le facteur K₃ pour obtenir h en W./ m², °C.

11 - 3 – Discuter l'importance de chacun des 3 paramètres qui interviennent dans la formule.

11 - 4 – Si l'on admet une température moyenne de 172°C pour l'élément de volume à 40 cm sous la filière et une température de 22°C pour l'air de refroidissement, calculer l'abaissement approximatif moyen de la température de cet élément de volume en régime stable. Cet abaissement est-il à votre avis homogène sur la section du brin ? On prendra les valeurs suivantes :

$$\begin{aligned} \rho \text{ du polymère} &= 1\,287 \text{ kg./ m}^3 \\ Va &= 50 \text{ cm./ s.} \\ Cp \text{ du polymère} &= 0,50 \text{ kcal./kg,}^\circ\text{C} \end{aligned}$$

11 - 5 – A quel phénomène peut-on attribuer la légère augmentation de température constatée à environ 45-50 cm sous la filière ? (voir la figure Q1 de la 10^{ème} question)

12 – DOUZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

On trouve dans la littérature une formule simplifiée qui donne la viscosité d'élongation en fonction de la température pour le polymère considéré et dans les conditions moyennes du filage :

$$\beta = \eta_e = 0,0525 \cdot \exp [5\,500 / (\theta + 273)]$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \beta = \eta_e = \text{viscosité d'élongation en Pa.s.} \\ \theta = \text{température en } ^\circ\text{C} \end{array} \right.$$

Remarque : Une formule plus générale donnant la viscosité d'élongation devrait également tenir compte de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et du temps t

12 - 1 – En considérant une différence de température de 6°C entre le cœur et la périphérie d'un brin, établir la viscosité élongationnelle au cœur et à la périphérie d'un élément de volume situé à 40 cm en dessous de la filière.

12 - 2 – En admettant un profil de vitesse plat sur la section du brin à ce niveau, calculer la vitesse moyenne de déformation en s⁻¹. En déduire la contrainte σ au cœur et à la périphérie exprimée en Pa puis en cN/tex.

12 - 3 – Sachant que l'on peut trouver une relation entre la biréfringence induite Δn et la contrainte σ :

$$\Delta n = C \cdot \sigma \quad \left\{ \begin{array}{l} C = \text{coefficient optique qui dépend du polymère et de la température.} \\ \text{Pour le polymère considéré et à env.170}^\circ\text{C : } C = 0,06 \text{ tex/cN} \end{array} \right.$$

en déduire la biréfringence induite au cœur et à la périphérie de l'élément de volume considéré. Que peut-on en conclure sur l'homogénéité structurale d'un fil ainsi filé à haute vitesse ?

On prendra pour les calculs une masse volumique des brins de 1 250 kg./ m³.

13 – TREIZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

13 - 1 – Quel est le titre en dtex du fil de 30 brins obtenus par filage de 60 g./ min. avec une vitesse de renvidage de 5 500 m./ min.?

13 - 2 – Quel serait le diamètre du fil s'il s'agissait d'un monobrin en prenant la masse volumique ρ à l'état solide égale à $1\,295\text{ kg./m}^3$?

13 - 3 – Quel est le diamètre d'un brin unitaire ?

13 - 4 – Imaginer une disposition des 30 brins cylindriques côte à côte qui conduit à la section globale circulaire minimale. Quel est alors le diamètre moyen du fil et quelle est la proportion de vide et de plein ?

13 - 5 – Que peut-on penser de cette hypothèse de la possibilité d'obtention d'un multibrin de section globalement circulaire ?

14 – QUATORZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Le fil produit à $5\,500\text{ m./min.}$ doit être texturé par friction sur une textureuse à 950 m./min. avec une température de four de 220°C . Le taux d'ensimage à la sortie du four de la textureuse doit être de $0,30\%$ en poids.

La concentration de l'émulsion aqueuse utilisée pour le dépôt de l'ensimage est de 10% en matières actives (extrait sec à poids constant à 110°C). Pour simplifier on prendra la masse volumique des matières actives sèches et celle de l'émulsion égales à $1\,000\text{ kg./m}^3$.

L'émulsion aqueuse est déposée sur le fil pendant le filage par une guduette située à environ 80 cm de la filière. La vitesse du fil est alors de $5\,450\text{ m./min.}$

Des essais préliminaires avec 3 formules d'ensimage dans les conditions de texturation ont conduit aux résultats suivants en ce qui concerne les taux d'ensimage :

| Formule | Sur fil filature | Sur fil texturé |
|---------|------------------|-----------------|
| A | 0,75% | 0,45% |
| B | 0,60% | 0,35% |
| C | 0,50% | 0,30% |

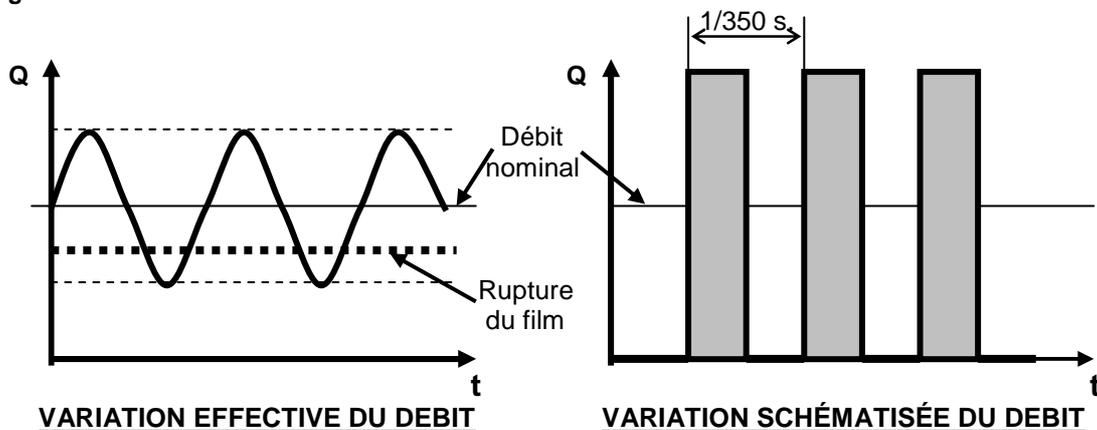
14 - 1 – Quelle formule d'ensimage choisissez vous et quel doit être le débit volumique de la pompe guduette alimentant un fil de 30 brins ?

14 - 2 – Si on assimile le fil à un monobrin de section circulaire tel que calculé en réponse à la question 13 - 2, et en supposant un débit régulier d'ensimage le long du fil, quelle est l'épaisseur du film de matières actives au moment où le fil arrive sur les disques de friction de la textureuse ?

14 - 3 – Si l'on admet que le fil conserve la structure définie en réponse à la question 13 - 4 et que les espaces interbrins se remplissent d'ensimage par capillarité, quelle serait l'épaisseur du film d'ensimage sec sur la surface extérieure du fil assimilé à un monobrin ? Que pensez vous d'une telle hypothèse ?

14 - 4 – Quelle est l'épaisseur de matières actives après le four de texturation en admettant que cette matière active est uniformément répartie sur la surface de tous les brins unitaires ?

14 - 5 – Par une expérience de cinéma ultra rapide on constate que le débit de l'émulsion d'ensimage au niveau de la guduette présente des pulsations de fréquence élevée avec coupure du film liquide au contact du fil en dessous d'un débit minimal (ce qui se traduit par conséquent par une absence de dépôt). Par simplification on admettra un débit en créneaux rectangulaires avec une fréquence de 350 s^{-1} . Calculer la longueur de fil qui ne reçoit pas d'ensimage à chaque pulsation. Comment évolue à votre avis cette répartition irrégulière de l'ensimage ?

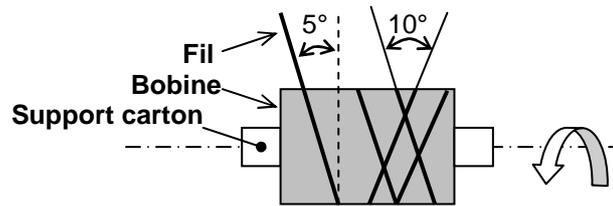


15 – QUINZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Le fil obtenu sur l'installation de filage est recueilli sur un support cylindrique en carton renforcé de 90 mm de diamètre extérieur. Ce support est placé sur une broche tournante solidaire du bobinoir.

Le fil est déposé sur la bobine par un guide-fil animé d'un mouvement de va-et-vient, à vitesse constante, par l'intermédiaire d'une came, sur une course de 150 mm.

La vitesse du guide-fil est réglée de telle façon qu'au cours d'un va-et-vient le fil se dépose selon un angle de 5° (angle de croisure fil-fil de 10°)



15 - 1 – Quelle est la vitesse de rotation initiale nécessaire pour obtenir une vitesse de renvidage de 5 500 m./ min. sur la bobine ? Quelle sera cette vitesse lorsque le diamètre de la bobine atteindra 375 mm ?

15 - 2 – Quelle doit être la vitesse linéaire du guide-fil ?

15 - 3 – A combien de tours de bobine correspond un va-et-vient du guide-fil lorsque la bobine est vide ($\Phi = 90$ mm.) et lorsque son diamètre atteint 375 mm. ?

15 - 4 – En bout de course, le renversement complet du sens du guide-fil se réalise en $5 \cdot 10^{-4}$ seconde. Quelle est en $\frac{m.}{s^2}$ et en g l'accélération qui en résulte ? Quelle est alors la masse apparente d'un guide-fil, dit "guide papillon", dont la masse réelle est de 1 g.?

15 - 5 – Quelles critiques peut-on faire à ce mode de dépôt du fil avec une vitesse constante du guide-fil ? Quelle est la solution habituellement adoptée ?

15 - 6 – Au cours de son trajet dans l'air, le fil acquiert une tension du fait du frottement à grande vitesse sur l'air. Quels sont à votre avis les principaux paramètres qui déterminent cette tension et leurs poids relatifs ?

15 - 7 – A quelle tension due à la force centrifuge est soumis le fil sur une bobine en rotation à vitesse périphérique constante ? Cette tension dépend-elle du rayon de la bobine ?

16 – SEIZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

On réalise avec le polymère étudié des expériences de filage à différentes vitesses comprises entre 1 000 et 6 000 m./ min., en gardant le débit constant et en maintenant identiques toutes les autres conditions.

L'évolution de la vitesse des brins pour les filages à 1 000 et 5 500 m./ min. a été déterminée par vélocimétrie laser et les résultats sont dans le tableau ci-dessous : (ils sont également représentés sur la figure **Q2** de la 10^{ème} question)

| Distance à la filière (cm) | Renvidage à 5 500 m./ min V en m./ min | Renvidage à 1 000 m./ min. V en m./ min. |
|----------------------------|---|---|
| 0 | 20,5 (calculé) | 20,5 (calculé) |
| 10 | 150 | - |
| 20 | 375 | 100 |
| 30 | 660 | - |
| 35 | 940 | - |
| 40 | 1 250 | 205 |
| 45 | 4 600 | - |
| 50 | 4 900 | - |
| 60 | 5 080 | - |
| 70 | 5 250 | 350 |
| 90 | 5 400 | - |
| 100 | 5 450 | 550 |
| 110 | 5 500 | - |
| 120 | 5 500 | 700 |
| 140 | 5 500 | 900 |
| 160 | 5 500 | 975 |
| 170 | 5 500 | 1 000 |

L'évolution de la température des brins a été déterminée par des mesures I.R. dont les résultats figurent dans le tableau ci-dessous pour les vitesses de renvidage de 1 000 et 5 500 m./ min. :

| Distance de la filière (cm) | θ °C filage 5 500 m./ min | θ °C filage 1 000 m./ min. |
|-----------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|
| 0 | 285 | 285 |
| 10 | 277 | 277 |
| 20 | 260 | 265 |
| 30 | 216 | 242 |
| 40 | 172 | 225 |
| 45 | 152 | 216 |
| 50 | 160 | 208 |
| 70 | 102 | 167 |
| 90 | 70 | 136 |
| 110 | 54 | 114 |
| 130 | - | 94 |
| 150 | - | 70 |
| 170 | - | 62 |

16 - 1 – Tracer l'évolution du diamètre des brins en dessous de la filière pour les vitesses de renvidage de 1 000 et 5 500 m./ min.

On prendra les valeurs suivantes pour les masses volumiques :

- dans le cas du fil renvidé à 1 000 m./ min. :
 $\rho = 1\,250 \text{ kg./ m}^3$
- dans le cas du fil renvidé à 5 500 m./ min. :
 $\rho = 1\,250 \text{ kg./ m}^3$ pour les distances à la filière ≤ 40 cm.
 $\rho = 1\,305 \text{ kg./ m}^3$ pour les distances à la filière >40 cm.

16 - 2 - Pouvez-vous justifier l'évolution de la masse volumique constatée dans le cas du renvidage 5 500 m./ min.?

17 – DIX SEPTIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Les fils obtenus sont caractérisés en réalisant différentes mesures en laboratoire : on obtient les résultats suivants :

| | 1 000 m./ min | 3 600 m./ min. | 5 500 m./ min. |
|--------------------------------------|-------------------|--------------------|---------------------|
| Force de rupture (cN) | 600 | 450 | 392 |
| Allongement rupture (%) | 500 | 130 | 75 |
| Retrait Eau Bouillante (%) | 60 | 22 | 3 |
| Masse volumique (kg/m ³) | 1 250 | 1 284 | 1 305 |
| fc (obtenu par rayons X) | non mesurable | 0,74 | 0,83 |
| θ °C transition vitreuse (Tg) | 67 | - | - |
| Biréfringence Δn | $5 \cdot 10^{-3}$ | $32 \cdot 10^{-3}$ | $105 \cdot 10^{-3}$ |

On rappelle que le facteur d'orientation cristalline **fc** s'exprime par :

$$fc = [(3 \cdot \cos^2 \theta_{c,z}) - 1] / 2$$

Il caractérise l'orientation des chaînes cristallisées, selon l'axe \vec{c} de la maille, par rapport à l'axe \vec{Z} de la fibre.

Les courbes dynamométriques sont données à la figure Q3. Les courbes de retrait sont données à la figure Q4. Les procédures de détermination correspondantes sont données en annexe.

17 - 1 – Calculer la force spécifique à la rupture (ténacité) exprimée en cN/tex, ainsi que la contrainte à la rupture, également en cN/tex. Le titre initial sera pris égal à celui calculé à partir des conditions de filage.

17 - 2 – Pourquoi préfère-t-on parler de contrainte à la rupture, plutôt que de ténacité rupture ?

17 - 3 – Supposons que le fil obtenu à 1 000 m./ min. soit étiré au taux de 4 sur une étireuse munie d'un doigt chauffant, de façon à obtenir un fil dit "plat" directement utilisable. Quelle température minimale choisira-t-on pour le doigt ? Justifier la réponse. Qu'observera-t-on probablement sur le doigt ?

17 - 4 – Calculer le taux de cristallinité en poids (Kp%) des trois fils considérés. D'après le cliché de rayons X obtenu sur un échantillon de fil renvidé à 1 000 m./ min., on aurait pu s'attendre à ce que son Kp soit nul, si l'on admet par ailleurs que la masse volumique est connue avec une précision de 1 / 1 000. Pourquoi le Kp% est-il légèrement positif pour ce fil

Que peut-on en déduire pour les Kp des autres fils ?

On donne :

ρ_a = masse volumique de la phase amorphe pure = 1 245 kg./ m³

ρ_c = masse volumique de la phase cristalline théorique = 1 360 kg./ m³

17 - 5 – Pourquoi les retraits eau bouillante (retrait EB) sont-ils supérieurs à ceux mesurés à 100°C sur les courbes "retrait = f (température)" ?

17 - 6 – Expliquer les courbes "retrait = f (température)" en terme de structure.

ANNEXE A LA 17^{ème} QUESTION

A) Mode opératoire pour le tracé des courbes "RETRAIT = f (TEMPÉRATURE)

L'échantillon est enroulé sous la forme d'un flotillon. Celui-ci est suspendu à un crochet, puis soumis à une pré-tension de 0,03 cN/tex afin que les brins soient parallélisés. L'ensemble est placé dans un four spécialement conçu pour cette détermination.

On programme une montée de température à la vitesse de 20°C/min. et on enregistre le retrait. On obtient les courbes représentées à la figure Q4.

B) Mode opératoire pour la détermination du retrait eau bouillante (retrait E.B.)

Le retrait E.B. est mesuré sur un flotillon. On mesure la longueur initiale L_0 , en lui appliquant une pré-tension de 0,05 cN/tex. On enlève la pré-tension puis on le place pendant 30 min. dans un bain d'eau bouillante.

Le flotillon est retiré du bain et suspendu pendant une heure dans le laboratoire de mesure afin d'être reconditionné. On lui applique de nouveau la pré-tension de 0,05 cN/tex et on mesure la longueur finale L_f .

Le retrait E.B. s'exprime par :

$$\text{Retrait E.B.} = 100 \cdot [(L_0 - L_f) / L_0]$$

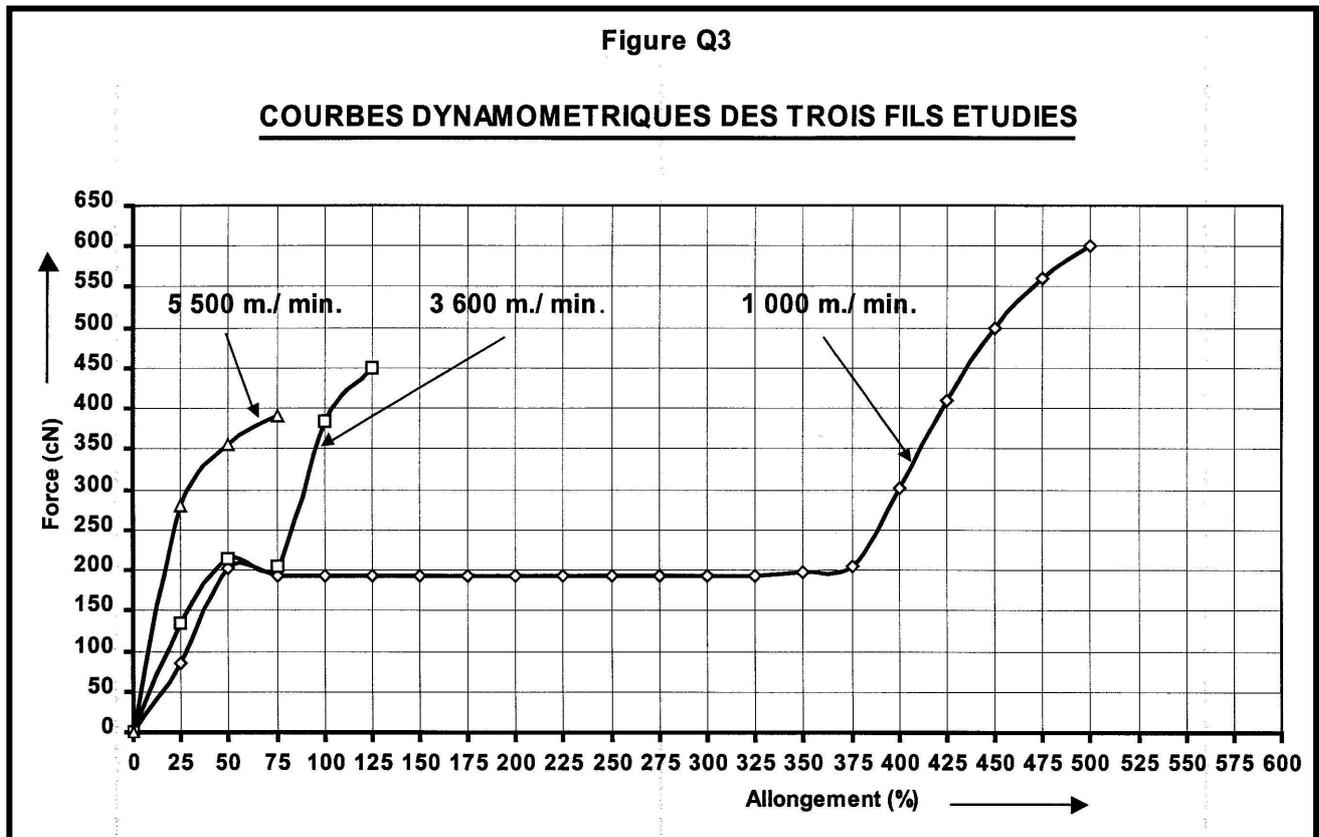
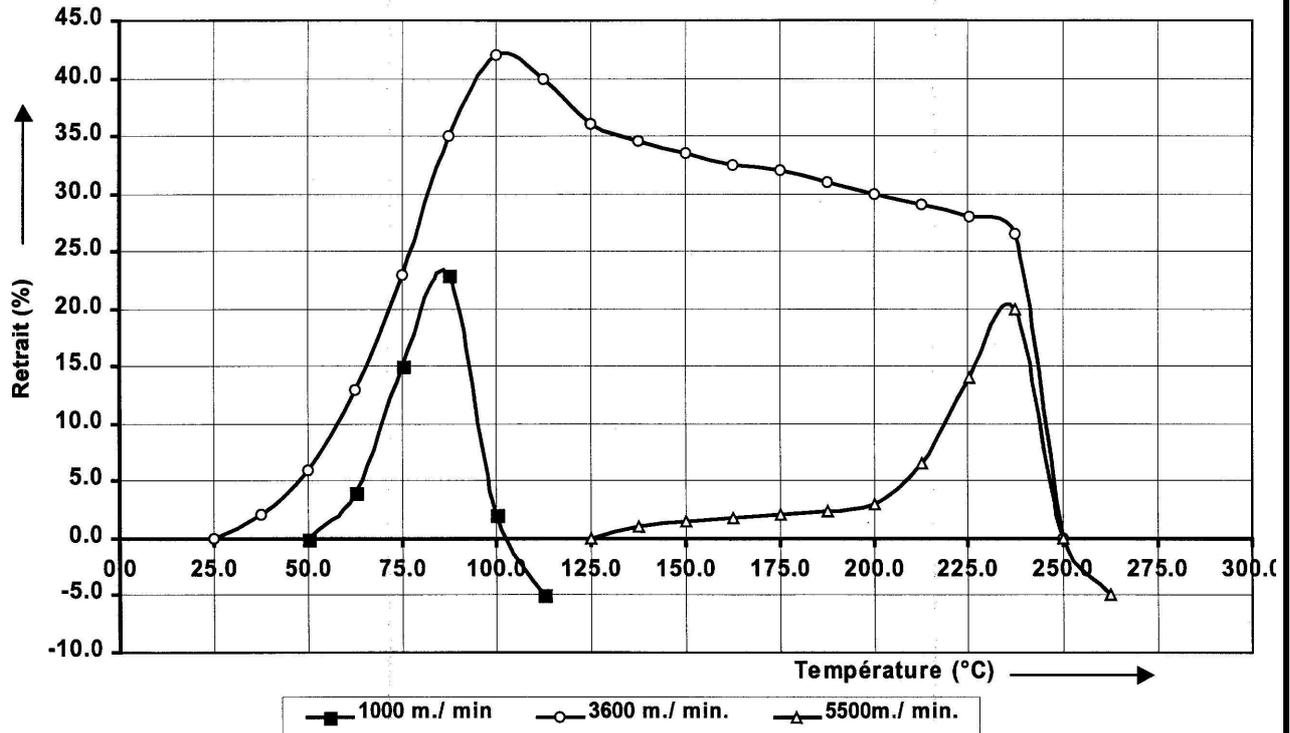


Figure Q4

RETRAIT DES TROIS FILS ETUDIÉS EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE



18 – DIX HUITIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

On a mesuré le module d'YOUNG E (module initial), la limite élastique (exprimées en % d'allongement) et la ténacité du fil 1 000 m./ min post-étiré d'une part et du fil filé directement à 5 500 m./ min. d'autre part :

| | | | |
|--------------------|----------------|-------------------------|------------------------|
| Fil post-étiré | E = 330 cN/tex | Limite élastique = 6,8% | Ténacité = 42,0 cN/tex |
| Fil 5 500 m./ min. | E = 150 cN/tex | Limite élastique = 5,0% | Ténacité = 36,0 cN/tex |

On désire passer ces deux fils en trame sur un métier à tisser où le fil subit des à-coups de tension de 10 g/tex lors du passage en trame.

18 - 1 – Que signifie le module d'YOUNG et la limite élastique en regard de l'utilisation d'un fil textile ?

18 - 2 – Peut-on penser que le tissu obtenu par tramage du fil 5 500 m./ min. sera régulier comparativement au tissu obtenu à partir de fil 1 000 m./ min. post-étiré.

18 - 3 – Que peut-on proposer comme traitements complémentaires pour améliorer le plus possible la ténacité d'un fil ? (se borner à l'aspect qualitatif des solutions).

19 – DIX NEUVIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

On désire optimiser la ténacité du fil obtenu par filage direct à 5 500 m./ min et on réalise pour cela un plan d'expériences à trois paramètres que l'on estime indépendants les uns par rapport aux autres :

- Masse moléculaire moyenne en nombre Mn : Paramètre X_1 dont la valeur centrale utilisée pour les filages précédemment étudiés est de 15 000. On décide une variation de $\pm 1 500$.
- Tension imposée aux filament t : On fera varier cette tension en modifiant la distance D entre la filière et la gudulette d'ensimage ce qui modifiera le frottement des 30 filaments élémentaires dans l'air : Paramètre X_2 dont la valeur centrale utilisée jusqu'alors est de 1,40 m. On décide une variation de $\pm 0,10$ m.
- Température de la filière θ : Paramètre X_3 dont la valeur centrale utilisée jusqu'alors est de 285°C. On décide une variation de $\pm 2^\circ\text{C}$.

On aura les variables codées suivantes :

| | | | |
|-------|--------------|-------------|--------------|
| X_1 | -1 = 13 500 | 0 = 15 000 | +1 = 16 500 |
| X_2 | -1 = 1,30 m. | 0 = 1,40 m. | +1 = 1,50 m. |
| X_3 | -1 = 283°C | 0 = 285°C | +1 = 287°C |

On obtient les résultats suivants : (on admettra que les autres résultats dynamométriques restent dans les spécifications des fils fabriqués)

| Test No | X ₁ | X ₂ | X ₃ | Ténacité obtenue (cN/tex) |
|---------|----------------|----------------|----------------|---------------------------|
| 1 | 0 | 0 | 0 | T ₁ = 35,90 |
| 2 | +1 | +1 | +1 | T ₂ = 37,90 |
| 3 | +1 | -1 | -1 | T ₃ = 37,05 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | T ₄ = 36,10 |
| 5 | -1 | +1 | -1 | T ₅ = 35,30 |
| 6 | -1 | -1 | +1 | T ₆ = 34,35 |
| 7 | 0 | 0 | 0 | T ₇ = 36,05 |

Remarque : ce plan d'expériences est un exemple purement fictif.

19 - 1 – En admettant que la surface de réponse se trouve dans un plan, déterminer par un calcul manuel la régression linéaire qui lie les trois variables à la ténacité. Quelle est la variabilité résiduelle ?

19 - 2 – Vérifier la validité de l'ajustement linéaire par un test de SNEDECOR.

Pour $p = 95\%$, et avec :

$$V_1 = N \text{ (nombre total de tests : 7) } - c \text{ (nombre de variables testées : 3) } - 3 = 1 \text{ degré de liberté}$$

$$V_2 = \text{(nombre de tests au centre - 1)} = 2 \text{ degrés de liberté}$$

la valeur F^1_2 de la table de SNEDECOR est égale à 18,5.

FIN DE L'ÉNONCÉ DES QUESTIONS