

CHAPITRE VINGT SEPT

RÉPONSES AUX QUESTIONS DE L'EXERCICE

1 – RÉPONSES A LA PREMIÈRE SÉRIE DE QUESTIONS.

1 - 1 - Voir les graphes ci-joints : figure **R1** et figure **R2**.

1 - 2 - Ce type de courbes traduit un comportement dit "PSEUDO-PLASTIQUE" classique pour les polymères fondus. On constate que le polymère à l'état fondu présente une zone de comportement "NEWTONIEN" pour les bas gradients de cisaillement qui ne dépassent pas environ 100 s^{-1} . En fait c'est plutôt une zone à "COMPOTEMENT LINEAIRE" car le fluide n'est pas newtonien.

Le point de départ du comportement pseudo-plastique est souvent appelé "GAMMA DEPARTURE".

On notera également que les polymères synthétiques utilisés à l'état fondu pour l'obtention de produits textiles, présentent presque toujours en plus un caractère "VISCO ELASTIQUE" qui a une grande influence sur leur aptitude au filage. C'est notamment ce caractère qui provoque un gonflement plus ou moins important du filament à la sortie du trou de filière.

1 - 3 - Une loi de puissance exprime une relation entre la contrainte et la vitesse de cisaillement qu'il est possible d'établir pour certains fluides pseudo-plastiques dans la partie linéaire de la courbe caractéristique d'écoulement $\tau = f(\dot{\gamma})$ en coordonnées log/log. On a une relation du type :

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n$$

k et **n** sont des coefficients rhéologiques.

Cette loi de puissance se traduit par une droite dans le tracé $\log \tau = f(\log \dot{\gamma})$. Pour un fluide purement newtonien on aura simplement :

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$$

ce qui signifie qu'alors : **k = η** et **n = 1**.

Pour un fluide pseudo plastique dans la région linéaire on aura **n** compris entre 0 et 1. L'indice **n** peut donc être considéré comme une mesure du caractère non newtonien du polymère à l'état fondu. Il est appelé "indice d'écoulement" ou "flow index".

On constate que sur le graphe log/log de $\tau = f(\dot{\gamma})$ on obtient, aux approximations expérimentales près, sensiblement une droite entre 200 et $20\,000 \text{ s}^{-1}$ à 280°C . (à 290°C également)

- Calcul de la pente n de la droite :

$$n = (\log 1,55 \cdot 10^6 - \log 7,9 \cdot 10^4) / (\log 20\,000 - \log 200) = \mathbf{0,646}$$

- Calcul de la constante k

$$\begin{aligned} * \text{ à } 200 \text{ s}^{-1} & \quad k = 7,90 \cdot 10^4 / 200^{0,646} = 2\,577 \\ * \text{ à } 20\,000 \text{ s}^{-1} & \quad k = 1,55 \cdot 10^6 / 20\,000^{0,646} = 2\,581 \end{aligned}$$

On prendra une moyenne avec **k = 2 580**

$$\tau = 2\,580 \cdot \dot{\gamma}^{0,646}$$

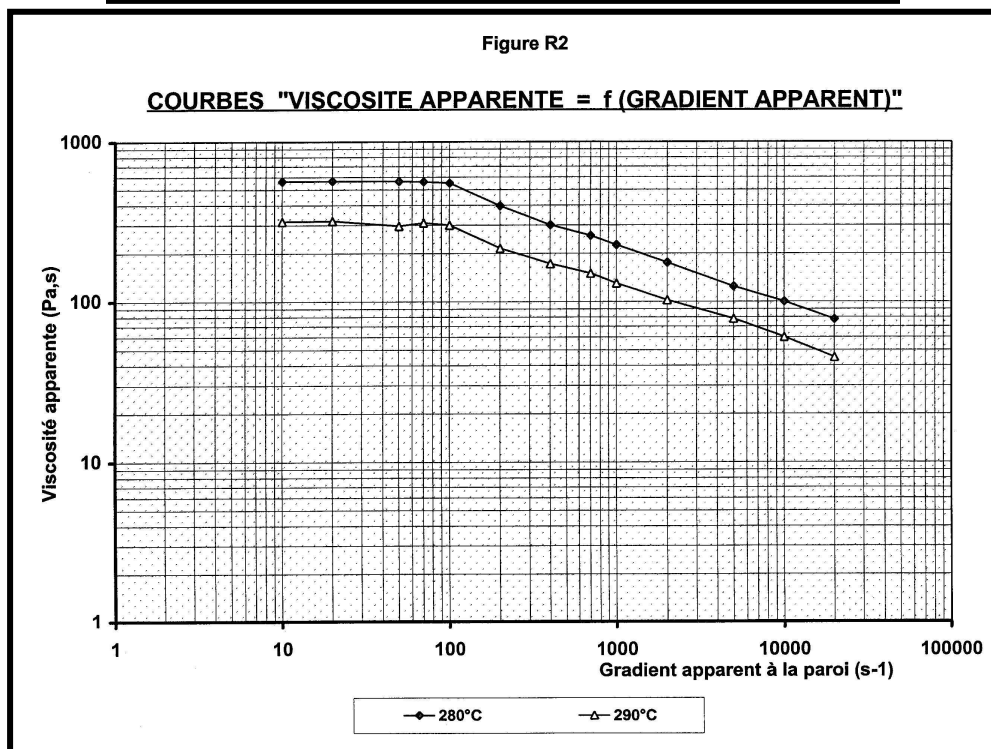
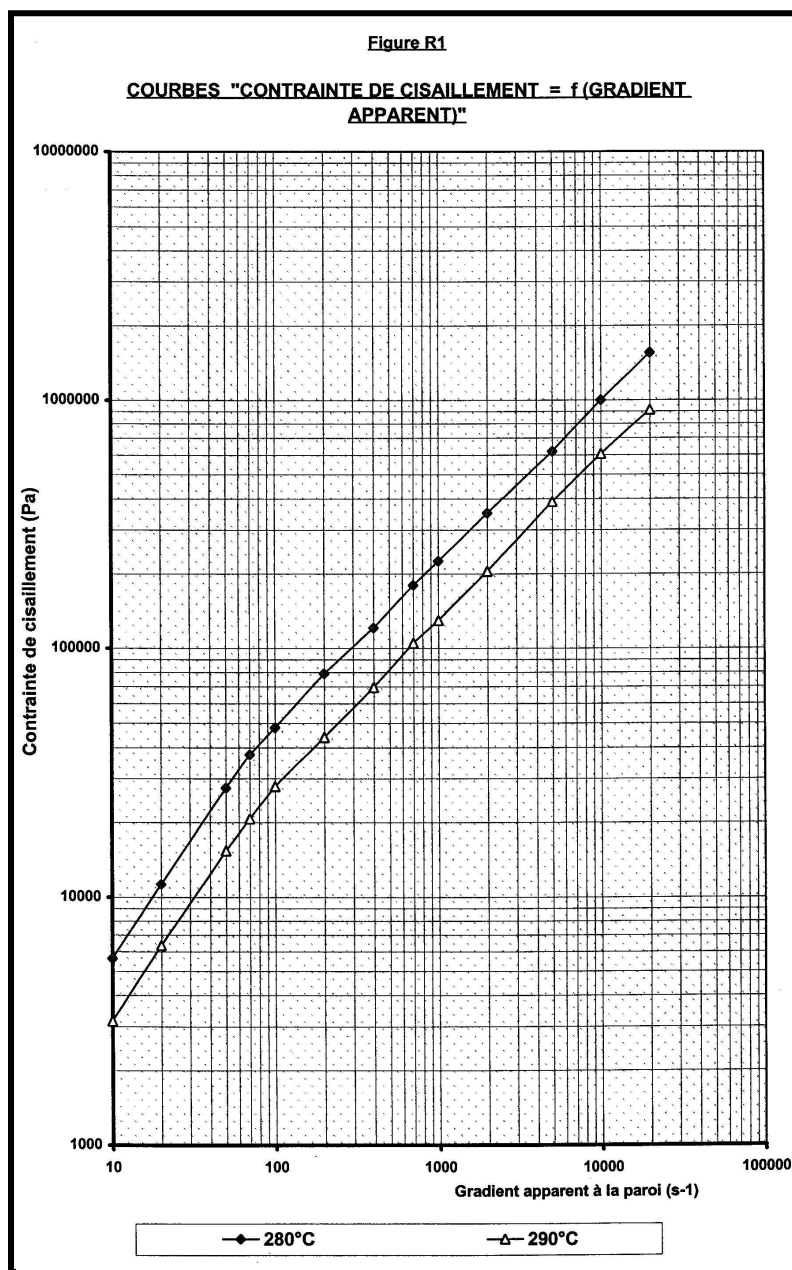
τ est exprimé en Pa et $\dot{\gamma}$ en s^{-1}

On peut également écrire :

$$\eta = k \cdot \dot{\gamma}^{(n-1)}$$

D'où dans la zone pseudo-plastique non newtonienne :

$$\eta (\text{Pa}\cdot\text{s}) = 2580 \cdot \dot{\gamma}^{0,354}$$



2 – RÉPONSE A LA DEUXIÈME QUESTION.

Pour obtenir l'élévation maximale de température correspondant à la transformation de l'énergie mécanique en chaleur, on utilise la formule classique suivante :

$$\Delta\theta = \Delta P / (\rho \cdot C_p)$$

L'équation aux dimensions de cette formule est bien cohérente et donne effectivement une température :

$$\left| \begin{array}{lll} \Delta P & = & \text{M.L}^{-1}.\text{T}^{-2} & \text{en Pa} \\ \rho & = & \text{M.L}^{-3} & \text{en kg / m}^3 \\ C_p & = & \text{M.L}^2.\text{T}^{-2} / \text{M}.\theta = \text{L}^2.\text{T}^{-2}.\theta^{-1} & \text{en J / kg}.\text{°C} \end{array} \right.$$

D'où $\Delta\theta = [\text{M.L}^{-1}.\text{T}^{-2} / \text{M.L}^{-3}.\text{L}^2.\text{T}^{-2}.\theta^{-1}] = \theta$

On a :

ΔP	=	120 bar	=	120 10 ⁵ Pa	en unités S.I.
ρ	=		=	1 210 kg / m ³	en unités S.I.
C_p	=	0,50 kcal / kg.°C	=	2 092 J / kg.°C	en unités S.I.

D'où : $\Delta\theta_{\text{max}} = 120 \cdot 10^5 / (1\,210 \cdot 2\,092)$

$\Delta\theta_{\text{max}} = 4,75\text{°C}$

Il s'agit d'une valeur maximale qui n'est jamais atteinte dans la réalité car, notamment, le rendement de la transformation de l'énergie mécanique en énergie thermique n'est pas de 100% et la chaleur dégagée ne chauffe pas seulement le polymère. Néanmoins ce calcul simple donne une idée des risques de dégradation que peut encourir un polymère thermo-sensible.

3 – RÉPONSES A LA TROISIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

3 – 1 – Gradient de cisaillement apparent à la paroi.

Le gradient apparent est donné par la formule :

$$\gamma = 4.Q / (\pi.R^3)$$

$$\begin{aligned} Q &= \text{débit volumique en m}^3/\text{s par trou} \\ &= 0,060 / (30.60.1210) \\ &= 2,755 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{s}. \\ R &= \text{rayon d'un trou d'extrusion} \\ &= 0,00032 / 2 = 1,6 \cdot 10^{-4} \text{ m}. \end{aligned}$$

$$\gamma = (4 \cdot 2,755 \cdot 10^{-8}) / (\pi (1,6 \cdot 10^{-4})^3) = 8\,564 \text{ s}^{-1}$$

$\gamma_{\text{apparent}} = \text{env. } 8\,500 \text{ s}^{-1}$

Gradient de cisaillement corrigé.

Pour un fluide à loi de puissance, et dans la zone d'écoulement où cette loi est valable, le gradient corrigé s'exprime en fonction de **n** l'exposant de puissance :

$$\gamma_{\text{corrigé ou } \gamma_w} = \gamma_a \cdot [(3.n) + 1] / (4 \cdot n)$$

Soit :

$$\gamma_w = \gamma_a \cdot [(3 \cdot 0,646) + 1] / (4 \cdot 0,646)$$

$\gamma_w = \text{env. } 9\,665 \text{ s}^{-1}$

3 – 2 – Vitesse moyenne d'extrusion.

On a classiquement : $v = Q / S$

$$\begin{aligned} v &= \text{vitesse moyenne d'extrusion en m/min.} \\ Q &= \text{Débit volumique par trou en m}^3/\text{min.} \\ &= 2,775 \cdot 10^{-8} \cdot 60 = 1,653 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}. \\ S &= \text{Surface d'un trou en m}^2 \\ &= \pi \cdot D^2 / 4 = \pi (3,2 \cdot 10^{-4})^2 / 4 \\ &= 8,042 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \end{aligned}$$

$$v = 1,653 \cdot 10^{-6} / 8,042 \cdot 10^{-8}$$

$$v = \text{environ } 20,5 \text{ m/min.}$$

3 – 3 – Régime d'écoulement.

Le régime d'écoulement dans un conduit circulaire comme un orifice d'extrusion s'évalue par le nombre de REYNOLDS Re :

$$Re = (v \cdot \rho \cdot D) / \eta$$

$$Re = (0,342 \cdot 1\,210 \cdot 3,2 \cdot 10^{-4}) / 80$$

v = vitesse moyenne d'écoulement en m/s.

$$= 20,5 \text{ m/min} / 60 = 0,342 \text{ m/s.}$$

ρ = $1\,210 \text{ kg/m}^3$

D = $3,2 \cdot 10^{-4} \text{ m.}$

η = viscosité dynamique = 80 Pa.s.

$$Re = 1,6 \cdot 10^{-3} \text{ (adimensionnel)}$$

Avec une valeur aussi faible de Re , le régime d'écoulement est ultra laminaire. En effet la transition entre le régime laminaire et le régime turbulent se situe entre 2 500 et 5 000 environ. C'est essentiellement une conséquence de la forte viscosité dynamique.

3 – 4 – Perte de charge dans un trou d'extrusion.

Pour cette approximation on utilisera la formule de POISEUILLE. Il s'agit effectivement d'une approximation car pour un trou de très faible hauteur comme un trou d'extrusion, il faudrait prendre en compte les correction dites "de bouts" (corrections de RABINOVITCH notamment). Néanmoins le résultat obtenu constituera une assez bonne approximation :

$$\Delta P = (128 \cdot \eta \cdot L \cdot Q) / (\pi \cdot D^4)$$

ΔP = perte de charge en Pa.

η = viscosité dynamique

= 80 Pa.s. par hypothèse

L = longueur du trou = $5 \cdot 10^{-4} \text{ m.}$

Q = débit volumique par trou

$$= 2,755 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3/\text{s}$$

D = diamètre du trou d'extrusion

$$= 3,2 \cdot 10^{-4} \text{ m.}$$

$$\Delta P = (128 \cdot 5 \cdot 10^{-4} \cdot 2,755 \cdot 10^{-8}) / (\pi (3,2 \cdot 10^{-4})^4) = 4,28 \cdot 10^6 \text{ Pa}$$

$$\Delta P = \text{environ } 43 \text{ bar}$$

Elévation de température dans le trou d'extrusion.

Comme nous l'avons vu à la question 2 :

$$\Delta \theta = \Delta P = \eta / Cp \cdot \rho$$

$$\Delta P = 4,28 \cdot 10^6 \text{ Pa}$$

$$Cp = 0,50 \text{ kcal / kg } ^\circ\text{C} = 2\,092 \text{ J /kg.}^\circ\text{C}$$

$$\rho = 1\,210 \text{ kg/m}^3$$

$$\Delta \theta = 4,28 \cdot 10^6 / 2\,092 \cdot 1\,210$$

$$\Delta \theta \text{ max} = \text{environ } 1,7^\circ\text{C}$$

On notera que cette élévation de température est de nature différente de celle qui a été calculée dans le lit de filtration de la question No 2. En effet :

- Dans le lit de filtration le cisaillement que subit le polymère est homogène dans toute la masse (on suppose que le lit de filtration est bien réalisé). Il en résulte que l'élévation de température est bien répartie.
- Il existe un profil de vitesse dans le trou de filière, ainsi qu'on va le voir à la question suivante, avec un gradient de cisaillement très important surtout près des parois. Il en résulte un échauffement hétérogène et la valeur de $1,7^\circ\text{C}$ est non seulement un maximum mais également une moyenne.

4 – RÉPONSES A LA QUATRIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

4 - 1 – En utilisant les deux formules données dans l'énoncé, on peut construire le tableau suivant :

- en calculant une valeur pour chaque dixième de rayon par exemple.
- en prenant $n = 0,646$ pour le polymère étudié et $n = 1,000$ pour un fluide newtonien.

Rapport r/R	v polymère en m/s $n = 0,646$	v fluide newtonien en m/s $n = 1,000$
- 1,00 (paroi)	0,000	0,000
- 0,90	0,144	0,130
- 0,80	0,265	0,247
- 0,70	0,365	0,349
- 0,60	0,448	0,438
- 0,50	0,506	0,514
- 0,40	0,551	0,575
- 0,30	0,582	0,623
- 0,20	0,600	0,658
- 0,10	0,609	0,678
0,00 (axe)	0,611 = V_0	0,685 = V_0
0,10	0,609	0,678
0,20	0,600	0,658
0,30	0,582	0,623
0,40	0,551	0,575
0,50	0,506	0,514
0,60	0,448	0,438
0,70	0,365	0,349
0,80	0,265	0,247
0,90	0,144	0,130
1,00 (paroi)	0,000	0,000

Il en résulte les graphes de la figure **R3** à la page suivante.

On constate que le profil d'écoulement du polymère est plus aplati que celui du fluide newtonien. Cet effet est d'autant plus important que l'indice de pseudo-plasticité n de la loi de puissance a une valeur faible. On a ainsi :

Valeur de n	1,00	0,80	0,60	0,40
Valeur du facteur multiplicatif de la vitesse moyenne calculée : $(3.n + 1) / (n + 1)$, pour obtenir la vitesse maximale à l'axe	2,00	1,89	1,75	1,57

Dans tous les cas la vitesse théorique à la paroi est nulle, ce qui suppose un temps de séjour infini pour les macromolécules en contact avec la paroi. En fait, sans être totalement nulle, la vitesse près des parois est très faible et peut dépasser une dizaine de fois la vitesse moyenne de passage calculée. Cela est sans conséquence pour les trous de filière avec des temps de passage courts mais devient important pour les polymères thermo-sensibles qui transitent dans des transferts longs.

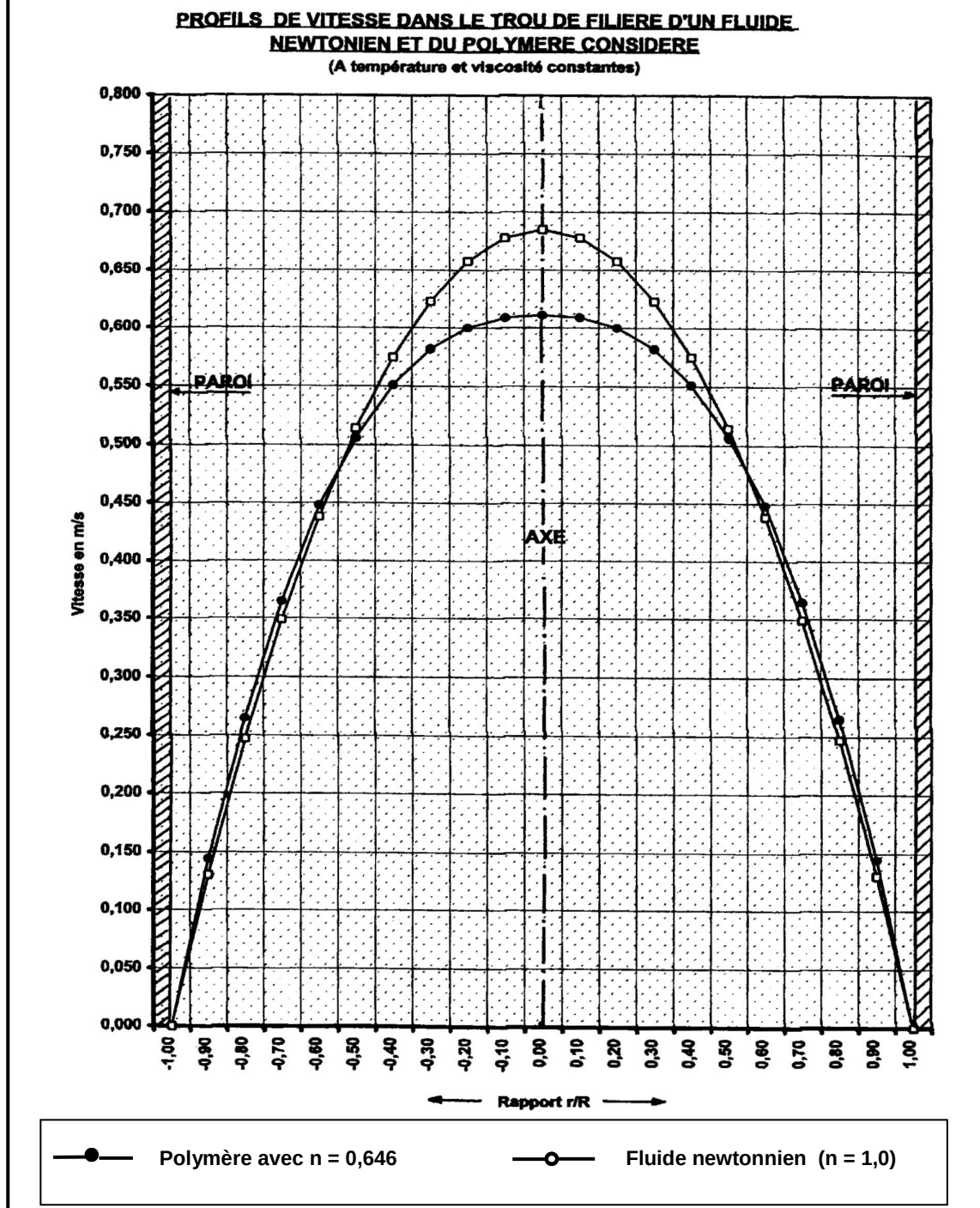
4 - 2 – Le profil de vitesse se modifie fondamentalement à la sortie du trou de filière. De façon complexe, il se réorganise en un profil sensiblement plat. En même temps se produit un gonflement, plus ou moins important selon la nature du polymère, dit "effet BARUS". Ce gonflement est provoqué par :

- les forces normales qui se développent par le cisaillement.
- les forces normales qui se développent par l'élongation.

Le gonflement en sortie de trou de filage s'observe mieux lorsque l'écoulement est libre. Il s'atténue de plus en plus si le filament est appelé avec des vitesses croissantes.

Dans le cas de polymères très visco-élastiques, on atténue l'effet BARUS, afin de ne pas perturber le filage par collage des bulbes formés à la sortie de la plaque filière, en utilisant des trous d'extrusion plus longs : 2Φ ou 4Φ au lieu de 1Φ habituellement utilisé pour des ouvraisons sans exigences particulières.

Figure R3



5 – RÉPONSES A LA CINQUIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

5 - 1 - Pour les trois expériences on construit un tableau donnant η / η_0 et $\eta_0 \cdot \gamma$

Voir le tableau page suivante

η_0 moyen est calculé en faisant la moyenne des 4 ou 5 valeurs stables pour γ compris entre 10 et 70 ou 100 s^{-1} .

Sur un diagramme log / log on construit la courbe représentée figure R4. On constate que tous les points s'organisent pour constituer une courbe unique. C'est la courbe maîtresse du polymère considéré.

5 - 2 - Cette courbe est d'un grand intérêt car :

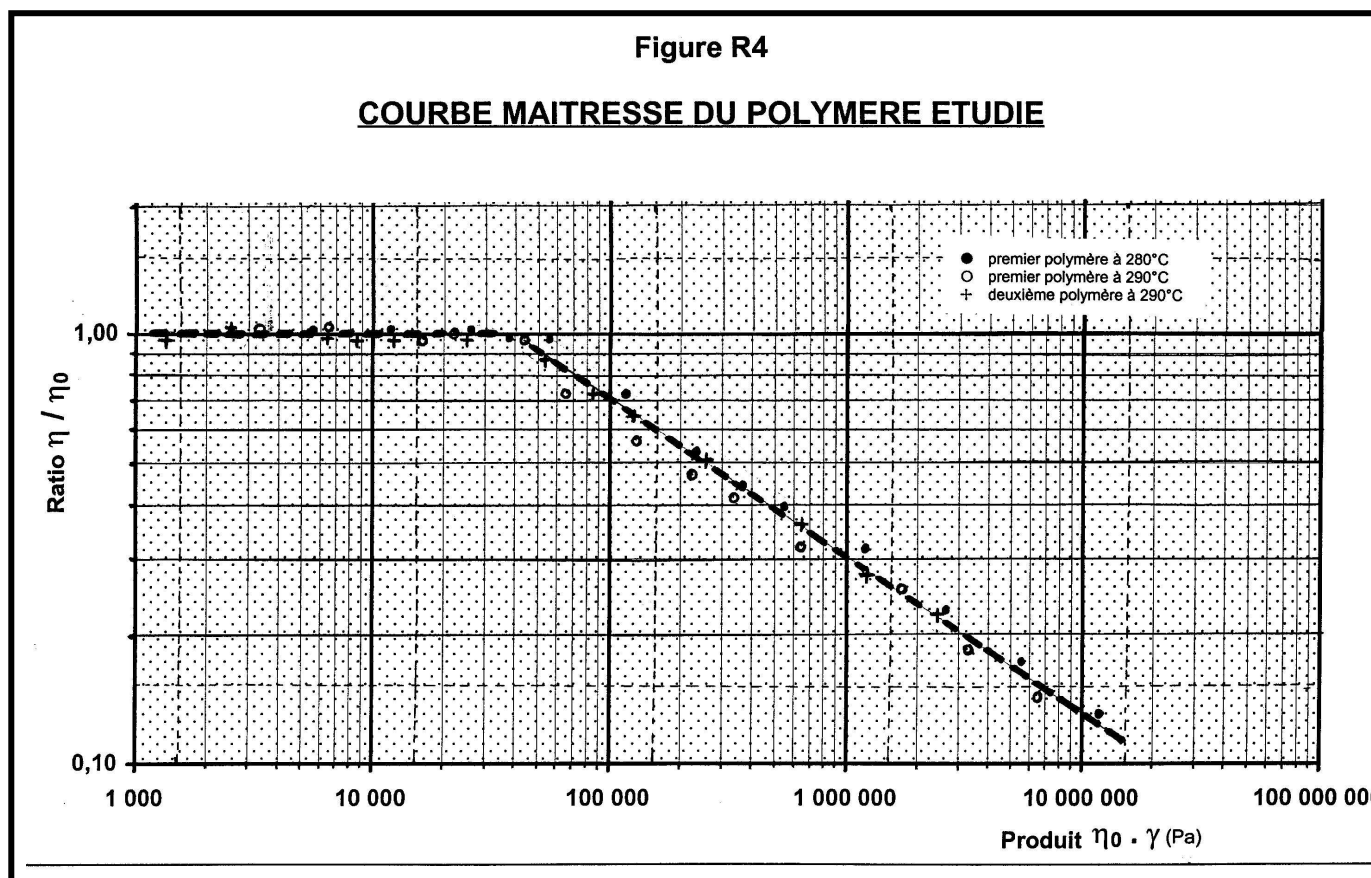
- elle est indépendante de la température.
- elle est indépendante de la masse moléculaire.

Elle exprime en fait comment la viscosité newtonienne η_0 décroît au fur et à mesure que la contrainte de cisaillement augmente (contrainte exprimée en Pa par le produit $\eta_0 \cdot \gamma$)

	Premier polymère				Deuxième polymère	
	280°C		290°C		290°C	
η_0 moyen	563,25 Pa.s.		310,00 Pa.s.		126,65 Pa.s.	
γ (s ⁻¹)	η / η_0	$\eta_0 \cdot \gamma$	η / η_0	$\eta_0 \cdot \gamma$	η / η_0	$\eta_0 \cdot \gamma$
10	1,001	5 632	1,019	3 100	0,984	1 266
20	1,003	11 265	1,026	6 200	1,027	2 533
50	1,001	28 162	0,955	15 500	1,020	6 332
70	0,994	39 427	1,000	21 700	0,976	8 865
100	0,976	56 325	0,968	31 000	0,992	12 665
200	0,701	112 650	0,963	62 000	0,997	25 330
400	0,532	225 300	0,555	124 000	0,889	50 660
700	0,456	394 275	0,484	217 000	0,711	88 655
1 000	0,399	563 250	0,419	310 000	0,642	126 650
2 000	0,310	1 126 500	0,329	620 000	0,502	252 300
5 000	0,220	2 816 250	0,252	1 550 000	0,364	633 250
10 000	0,177	5 632 500	0,194	3 100 000	0,288	1 266 500
20 000	0,137	11 265 000	0,145	6 200 000	0,220	2 533 000

Ainsi connaissant la viscosité newtonienne d'un polymère à une température donnée, on peut déterminer la viscosité apparente pour un gradient de cisaillement quelconque à cette température.

Pour être complète, la courbe maîtresse d'un polymère doit être accompagnée de formules donnant la viscosité newtonienne en fonction de la masse moléculaire et de la température. Voir à la page suivante des exemples de telles formules pour plusieurs types de polymères.



ANNEXE AUX RÉPONSES A LA 5^{ème} SÉRIE DE QUESTIONS

EXEMPLES DE FORMULES LIANT $\overline{Mn}$, VR, IV, VI et VF

1 – Formules liant une viscosité en solution à la masse moléculaire moyenne en nombre $\overline{Mn}$.

- Polyester PET

$$\overline{Mn} = 3,8 \cdot 10^4 (VI)^{1,30} \quad \text{ou} \quad = 4,00 \cdot 10^4 (VI)^{1,34}$$

VI = viscosité intrinsèque déterminée en solution à 0,50% dans le mélange phénol/tétrachloroéthane

- Polyamide PA 6-6

$$\log_{10} IV = 4,2124 - 0,9884 \cdot \log_{10} (\text{Somme des G.T.}) \quad \text{avec} \quad \overline{Mn} = 2 \cdot 10^6 / (\text{Somme des G.T.})$$

IV = indice de viscosité déterminé en solution à 0,50% dans HCOOH à 90%

Somme des G.T. = GTA + GTC + limiteurs de chaînes

Avec ces définitions on simplifie en : $IV = 0,00965 \cdot \overline{Mn}^{0,9884}$

Avec VR = viscosité relative on a également :

$$VR = 8,518 - 0,0119 IV + 0,00221 IV^2$$

- Polyamide PA 6

$$VR = 1 + (\overline{Mn} / 10\,500) \quad \text{ou} \quad \overline{Mn} = 10\,500 (VR - 1)$$

Avec VR = viscosité relative déterminée en solution à 1,0% dans H₂SO₄ à 96%.

2 – Formules liant une viscosité en solution à la viscosité à l'état fondu VF.

- Polyester PET

$$VF_{290^\circ\text{C}} - \text{poises} = 1,4865 \cdot 10^{-10} (VI)^{4,5795}$$

- Polyamide PA 6-6

$$\log_{10} VF_{290^\circ\text{C}} - \text{poises} = 0,01845 \cdot VR + 2,2257$$

3 – Dépendance de la viscosité à l'état fondu à la température.

On a la formule générale :

$$VF \text{ à } T_1 = VF \text{ à } T_2 \cdot \exp \left[E/R \cdot (1/T_1 - 1/T_2) \right]$$

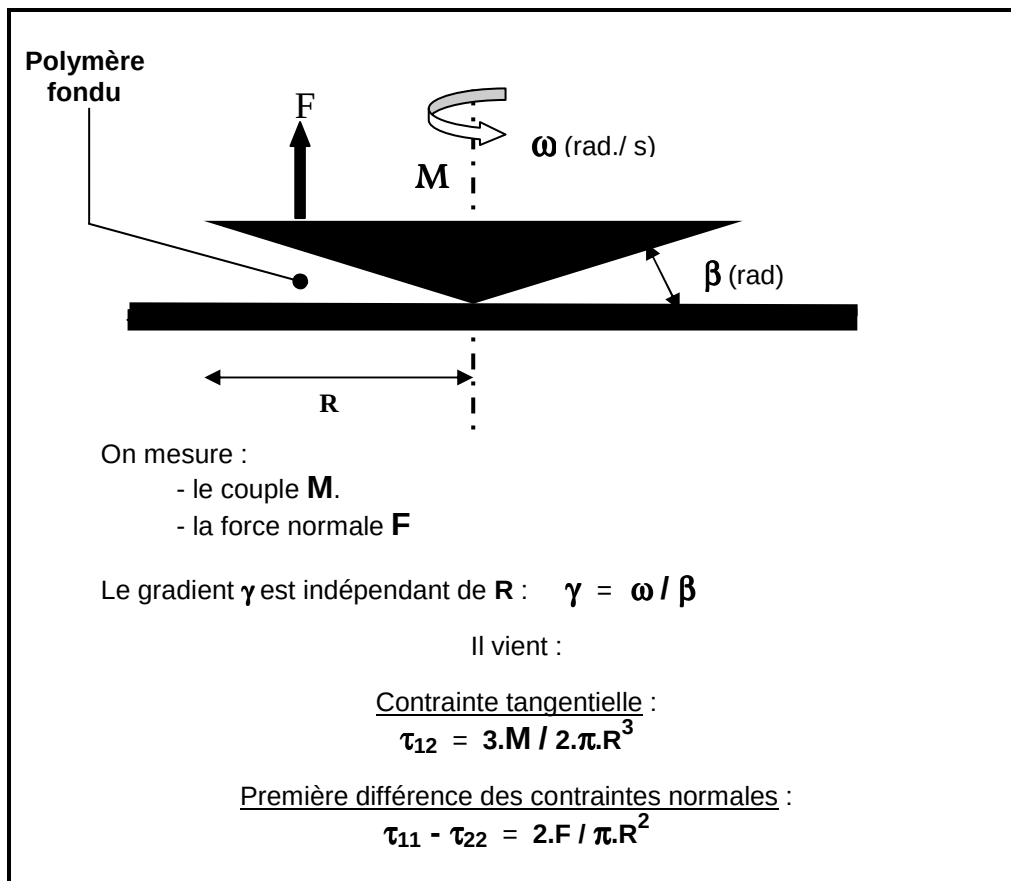
T₁ et T₂ (température de référence) = températures en K

La valeur de E/R varie peu avec le type de polymère. On a par exemple :

Polyester PET	E/R = 7 500
Polyamide PA 6-6	E/R = 7 550
Polyamide PA 6	E/R = 7 215

6 – RÉPONSES A LA SIXIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

6 - 1 – Le principe de fonctionnement du rhéomètre cône-plan en écoulement continu est rappelé sur le schéma ci-dessous. On a, dans, ce cas une mesure à gradient de cisaillement constant qui déforme fortement les chaînes polymères à l'état fondu.



Le nombre de WEISSENBERG.

Ce nombre est, à une constante près, le rapport de la force normale à la contrainte de cisaillement τ_{12} . C'est un nombre adimensionnel :

$$\begin{aligned} - \tau_{11} - \tau_{22} &= 2.F / \pi.R^2 \longrightarrow \text{dimensions} = (L.M.T^{-2}).\pi^{-1}.L^{-2} = L^{-1}.M.T^{-2}.\pi^{-1} \\ - \tau_{12} &= 3.M / 2.\pi.R^3 \longrightarrow \text{dimensions} = (L^2.M.T^{-2}).\pi^{-1}.L^{-3} = L^{-1}.M.T^{-2}.\pi^{-1} \end{aligned}$$

Le rapport $\tau_{11} - \tau_{22} / \tau_{12}$ est bien adimensionnel. Ce rapport représente le rapport de l'élasticité à la viscosité. Autrement dit lorsqu'on augmente le gradient de cisaillement, la contrainte de cisaillement et la première différence des contraintes normales croissent de manière différente suivant les produits polymères.

Le nombre de WEISSENBERG est aussi une sorte d'image du "temps de relaxation" du polymère, c'est à dire du temps qui lui est nécessaire pour relaxer les contraintes qui lui ont été imposées. Lorsque ce temps de relaxation est significativement supérieur au temps du procédé de filage, c'est à dire le temps pendant lequel le produit est étiré sous la filière pour atteindre sa vitesse finale, ce produit emmagasine des contraintes. Lorsque ces contraintes deviennent trop importantes, le filament se rompt.

L'élasticité est une propriété qui est fondamentalement liée à la structure du produit : présence de branchements, de microcristallites de microgels, de très hautes masses moléculaires, Ces éléments, lorsqu'ils existent, sont susceptibles de créer un réseau dans le polymère fondu. Sous l'effet d'un cisaillement, ce réseau se déforme et s'oriente mais les chaînes macromoléculaires, dépendantes les unes des autres, ne peuvent pas se relaxer.

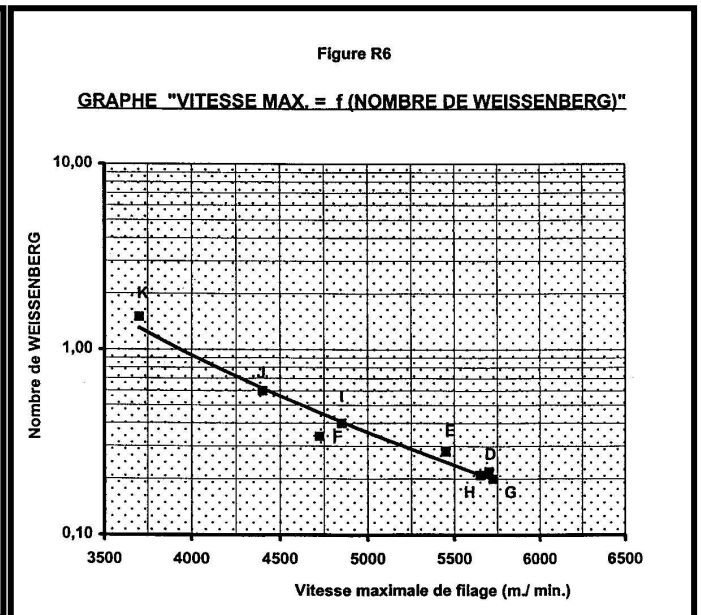
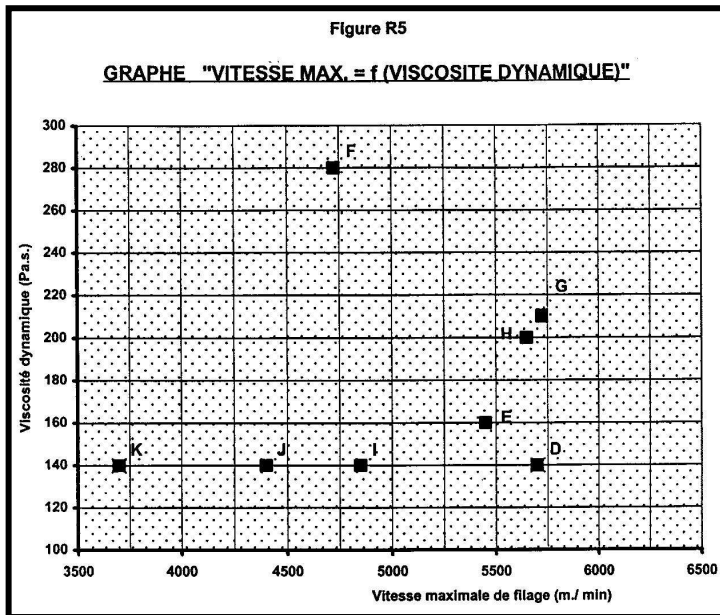
Les enchevêtrements ne sont pas détruits mais simplement déformés alors que se génère une force de rappel élastique, un peu comme pour un ressort que l'on tend.

Pour un produit fondu strictement linéaire, les chaînes cisailées glissent les unes sur les autres en se relaxant rapidement.

6 - 2 – Tracé des graphes : Voir les figures R5 et R6 à la page suivante.

- On constate que la viscosité dynamique newtonienne ne constitue pas une bonne approche pour apprécier la filabilité telle qu'elle est définie par le test de vitesse maximale de filage (sauf éventuellement pour les polymères linéaires).
- Par contre la relation avec un paramètre tel que le nombre de WEISSENBERG, qui prend en compte la viscosité ET l'élasticité, devient nettement plus évidente. Tous les points s'organisent sur une même courbe.

Les théories complètes de la filabilité étant très complexes, nous ne développerons pas plus ces concepts dans le cadre de cet exercice.



7 – RÉPONSES A LA SEPTIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

7 - 1 – Le débit volumique dans la tuyauterie est :

$$(128 \cdot 0,060 \cdot 60) / (1210 \cdot 3600) = 1,058 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}.$$

La perte de charge dans la tuyauterie est :

$$100 - 45 = 55 \text{ bar} = 55 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

En appliquant la loi de POISEUILLE :

$$D^4 = (128 \cdot \eta \cdot L \cdot Q) / (\pi \cdot \Delta P)$$

$$\begin{aligned} \eta &= 150 \text{ Pa.s.} \\ L &= 12,4 \text{ m.} \\ Q &= 1,058 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s.} \\ \Delta P &= 55 \cdot 10^5 \text{ Pa} \end{aligned}$$

$$D^4 = 128 \cdot 150 \cdot 12,4 \cdot 1,058 \cdot 10^{-4} / \pi \cdot 55 \cdot 10^5$$

$$\text{d'où } D = 0,0347 \text{ m.} = \text{environ } 35 \text{ mm.}$$

A titre d'information le temps de passage moyen τ sera :

$$\tau = V / Q$$

$$\begin{aligned} V &= \text{volume de la tuyauterie} \\ &= \pi \cdot 0,035^2 \cdot 12,4 / 4 = 1,193 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \\ Q &= 1,058 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s.} \end{aligned}$$

$$\tau = 1,193 \cdot 10^{-2} / 1,158 \cdot 10^{-4} = 112,7 \text{ s.} = \text{un peu moins de 2 minutes}$$

7 - 2 – Effet de l'auto-échauffement sur la viscosité de sortie.

$$\text{Auto-échauffement maximal : } \Delta\theta = \Delta P / (C_p \cdot \rho) = 55 \cdot 10^5 / 2092 \cdot 1210 = 2,2^\circ\text{C}$$

D'où une température maximale de sortie de : $285,0 + 2,2 = 287,2^\circ\text{C}$

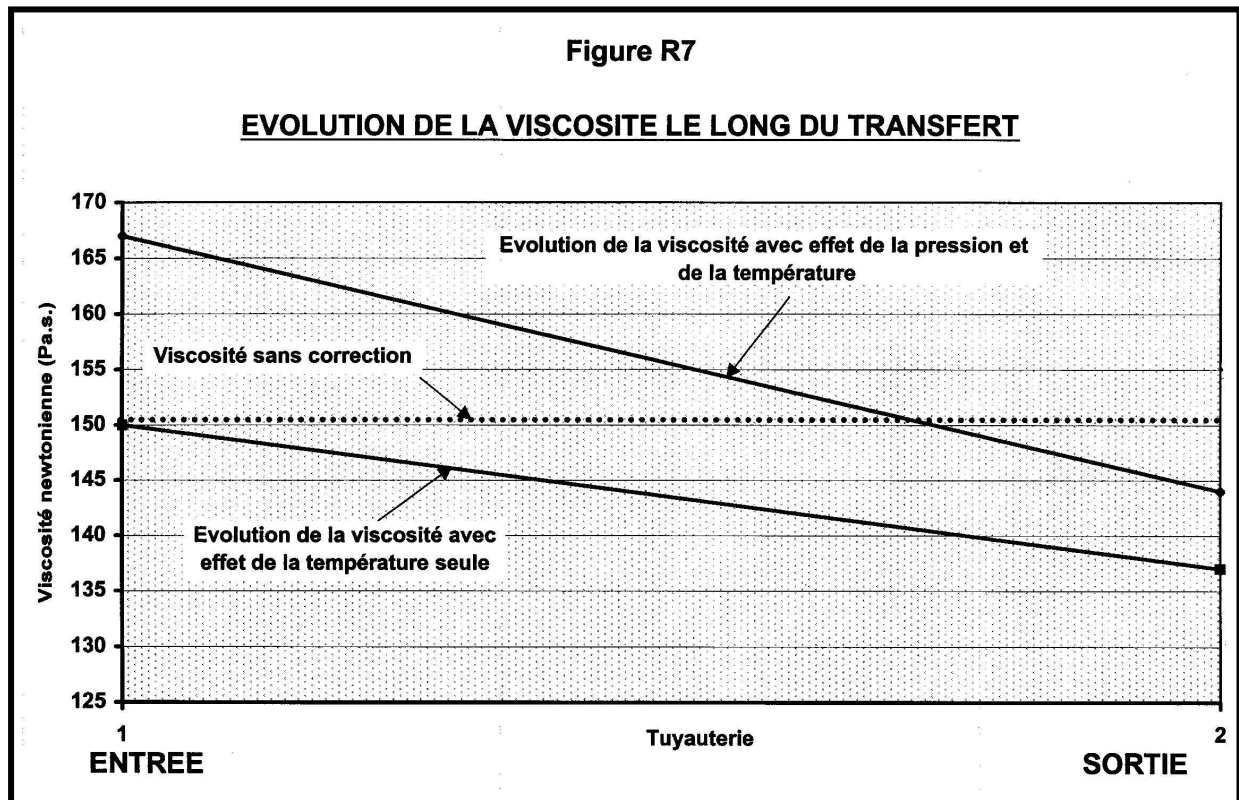
La viscosité résultante sera de :

$$\eta_{287,2^\circ\text{C}} = 150 \cdot \exp [12 \cdot 945 [(1/560,2) - (1/558)]]$$

$$287,2^\circ\text{C} = 287,2 + 273 = 560,2 \text{ K}$$

$$\eta_{287,2^\circ\text{C}} = \text{environ } 137 \text{ Pa.s.}$$

Figure R7



7 - 3 – Effet de la pression couplé avec l'effet d'auto-échauffement.

- Viscosité à l'entrée dans la tuyauterie : la pression à prendre en compte dans la formule est la pression au dessus de la pression atmosphérique (on suppose qu'on s'exprime en bar absolus) c'est à dire $99 \cdot 10^5$ Pa.

$$\eta_{\text{entrée}} = 150 \cdot \exp(1,1 \cdot 10^{-8} \cdot 99 \cdot 10^5)$$

$$\eta_{\text{entrée}} = \text{environ } 167 \text{ Pa.s.}$$

$$\eta_{\text{sortie}} = 137 \cdot \exp(1,1 \cdot 10^{-8} \cdot 44 \cdot 10^5)$$

$$\eta_{\text{sortie}} = \text{environ } 144 \text{ Pa.s.}$$

La viscosité moyenne dans la tuyauterie sera, si l'on admet une évolution linéaire entre l'entrée et la sortie : $(167 + 144) / 2 = 155,5 \text{ Pa.s.}$ différente de 3,7% de la viscosité de calcul de 150 Pa.s.

On peut en conclure que les corrections dues à l'auto-échauffement et à la pression sont en général superflues dans les calculs courants des pertes de charge.

8 – RÉPONSES A LA HUITIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

8 - 1 – Masse moléculaire Mn et viscosité intrinsèque V.I. après fusion.

La masse moléculaire $\overline{Mn}$ initiale est égale à : $\overline{Mn} = 38\,500 (0,660)^{1,32} = 22\,246$

Une macromolécule de 22 246 g. subira une hydrolyse complète sur un enchaînement ester $\sim\sim\sim\text{CO-O}\sim\sim\sim$ chaque fois que 18 g. d'eau entreront en réaction (1 mole d'eau = 18 g.). Il se produira une coupure de la chaîne en deux macromolécules plus petites dont la masse moyenne sera de $22\,246 / 2 = 11\,123$.

809 ppm d'eau représentent 809 g. pour 1 000 000 g. de polymère, soit pour une macromolécule de 22 246 g. :

$$809 \cdot 22\,246 / 10^6 = 18 \text{ g.} - \text{soit 1 molécule d'eau -}$$

On aura donc une Mn finale d'environ 11 100

Pour obtenir la V.I. finale on fait la transformation : $\overline{Mn} = f(V.I.)$ en $V.I. = f'(\overline{Mn})$

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

$$(\log \overline{Mn} - \log 38\,500) / 1,32 = \log V.I. \quad (1/1,32 = 0,757)$$

$$\text{d'où } \log \overline{Mn}^{0,757} - \log 38\,500^{0,757} = \log V.I.$$

$$\log V.I. = \log [\overline{Mn}^{0,757} / 38\,500^{0,757}]$$

$$\text{soit : } V.I. = 3,379 \cdot 10^{-4} \cdot \overline{Mn}^{0,757}$$

Si la masse moléculaire $\overline{Mn}$ se retrouve à 11 120, on aura :

$$V.I. \text{ finale} = 3,379 \cdot 10^{-4} \cdot 11\,120^{0,757}$$

$$V.I. \text{ finale} = 0,39$$

Un séchage complet du polymère est donc bien impératif.

8 - 2 – Formule générale "V.I. finale = f (V.I. initiale, Nombre de ppm d'eau)".

De façon générale, une macromolécule de masse $\overline{Mn}$ est divisée en $N + 1$ macromolécules plus petites si N est le nombre de molécules d'eau en présence. Soit X le nombre de ppm d'eau dans le polymère.

- N = nombre de moles d'eau par tonne de polymère = $X / 18$. (18 = masse moléculaire de l'eau)
- Nombre de moles d'eau pour une $\overline{Mn}$ correspondant à une V.I. donnée :

$$N' = (X/18) \cdot 10^{-6} \cdot 38\,500 \cdot (V.I.)^{1,32}$$

- Si on désigne par $V.I._0$ la V.I. initiale, il y correspond une $\overline{Mn}_0$ initiale :

$$\overline{Mn}_0 = 38\,500 \cdot (V.I._0)^{1,32}$$

- La Mn finale sera :

$$\overline{Mn}_F = \overline{Mn}_0 / (1 + N')$$

$$\text{Soit } \overline{Mn}_F = \frac{38\,500 \cdot (V.I._0)^{1,32}}{1 + [X/18 \cdot 10^{-6} \cdot 38\,500 \cdot (V.I._0)^{1,32}]} = \frac{38\,500 \cdot (V.I._0)^{1,32}}{1 + [2,139 \cdot 10^{-3} \cdot X \cdot (V.I._0)^{1,32}]}$$

- Comme nous avons établi : $V.I. = 3,379 \cdot 10^{-4} \cdot (\overline{Mn})^{0,757}$, on remplace $\overline{Mn}$ par la valeur de $\overline{Mn}_F$

$$V.I. \text{ finale} = 3,379 \cdot 10^{-4} \cdot \left[\frac{38\,500 \cdot (V.I._0)^{1,32}}{1 + [2,139 \cdot 10^{-3} \cdot X \cdot (V.I._0)^{1,32}]} \right]^{0,757}$$

- Cette formule se simplifie en :

$$V.I. \text{ finale} = V.I._0 \cdot [1 + (2,139 \cdot 10^{-3} \cdot X \cdot (V.I._0)^{1,32})]^{-0,757}$$

Ainsi pour 100 ppm d'eau sur un polymère de $V.I._0 = 0,660$ il viendra :

$$V.I. \text{ finale} = 0,660 \cdot [1 + (2,139 \cdot 10^{-3} \cdot 100 \cdot (0,660)^{1,32})]^{-0,757}$$

$$V.I. \text{ finale} = \underline{0,604}$$

8 - 3 – Groupements terminaux –OH sur le polymère après fusion.

Pour chaque macromolécule finale de $\overline{Mn}$ moyen = 11 120, on aura évidemment deux groupements terminaux, soit pour 1 tonne de polymère :

$$2 \cdot 10^6 / 11\,120 = 179,9 \text{ groupements terminaux par tonne}$$

Si l'on dose 37,5 groupements –COOH, on devrait trouver :

$$179,9 - 37,5 = 142,4 \text{ groupements –OH par tonne}$$

$$\text{G.T. –OH par tonne} = \underline{142,4} \\ \text{(théoriques)}$$

9 – RÉPONSES A LA NEUVIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Valeurs des concentrations entrant dans la constante d'équilibre à 285°C.

- $[H_2O]$ 0,117% en poids = 1 170 g./tonne. Comme $\rho = 1\,000\text{ kg./m}^3$ on peut écrire $H_2O = 1\,170\text{ g./m}^3$ soit $1\,170/18 = 65$ groupements H_2O
 $[H_2O] = 65$
- $[-CONH-]$ Pour chaque motif de 254 g. on a 2 groupements amide $--CONH--$ soit pour 1 tonne ou 1 m^3 : $2\,10^6 / 254 = 7\,874$
 $[--CONH--] = 7\,874$
- Produit $[--COOH] \cdot [--NH_2]$
 $119,3 = 7\,874 \cdot 65 / [--COOH] \cdot [--NH_2]$
soit $[--COOH] \cdot [--NH_2] = 4\,290$

9 – 1 – Fusion du polymère séché.

Après séchage, la teneur en eau est de 117 ppm, soit 117 g./m^3 , soit $[H_2O] = 6,5$ (c'est à dire dix fois moins que la teneur à l'équilibre au moment de la préparation).

La valeur de l'expression $K_c = [--CONH-] \cdot [H_2O] / [--COOH] \cdot [--NH_2]$ n'est que de 11,93

Si la fusion se produit à 285°C, la constante d'équilibre K_c doit conserver sa valeur de 119,3. Il se produira alors une transformation du polymère fondu par évolution positive du degré de polycondensation. Cela aura pour effet :

- de dégager de l'eau, donc d'augmenter $[H_2O]$ au numérateur.
- de consommer des groupements terminaux réactifs $--COOH$ et $--NH_2$ par réaction d'amidification, ce qui fera diminuer le produit $[--COOH] \cdot [--NH_2]$ au dénominateur.

9 - 2 – Masse moléculaire du polymère séché après refusion en système clos.

- On dose 509 ppm d'eau, soit 509 g./m^3 , soit $509/18 = 28,3$, soit $[H_2O] = 28,3$
- On dose 56,2 groupements $--COOH$ par m^3 , soit $[--COOH] = 56,2$

Comme durant la fusion/transfert les conditions de l'équilibre chimiques ont été rétablies, on peut écrire :

$$119,3 = \frac{7\,874 \cdot 28,3}{56,2 \cdot [--NH_2]} \quad \text{Ce qui implique } [--NH_2] = 33,2$$

Si l'on suppose un polymère non dégradé et ne contenant pas de groupements terminaux parasites, il y aura donc par m^3 :

$$56,2 + 33,2 = 89,4 \text{ groupements terminaux } (--COOH + --NH_2)$$

Sachant qu'il y a deux groupements terminaux par macromolécule, la masse moléculaire moyenne en nombre finale du polyamide après refusion sera : $2\,10^6 / 89,4 = 22\,371$.

$\overline{M}_n \text{ finale} = 22\,370$

10 – RÉPONSES A LA DIXIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

10 - 1 – Vitesse de refroidissement immédiatement en dessous de la filière.

- Vitesse moyenne dans la zone considérée :
 $(375 + 20,5) / 2 = 197,6\text{ m./min.} = 3,30\text{ m./s.}$
La vitesse d'extrusion de 20,5 m./min. a été calculée à la question 3 – 2.
- Durée du refroidissement sur 20 cm. = 0,20 m. :
 $1 \cdot 0,20 / 3,30 = 0,06\text{ s.}$

- Importance du refroidissement :

$$285 - 260 = 25^{\circ}\text{C}$$

- Vitesse de refroidissement :

$$25 / 0,06 = 416,66^{\circ}\text{C} / \text{s}.$$

$$\mathbf{V1 \text{ refroidissement} = \text{env.} 417^{\circ}\text{C} / \text{s}.$$

10 - 2 – Vitesse de refroidissement entre 40 et 45 cm sous la filière.

- Vitesse moyenne dans la zone considérée :
 $(4\,600 + 1\,250) / 2 = 2\,925 \text{ m./ min.} = 48,75 \text{ m./ s}.$

- Durée du refroidissement sur 5 cm. = 0,05 m. :
 $1 \cdot 0,05 / 48,75 = 1,025 \cdot 10^{-3} \text{ s}.$

- Importance du refroidissement :
 $172 - 152 = 20^{\circ}\text{C}$

- Vitesse de refroidissement :
 $20 / 1,025 \cdot 10^{-3} = 19\,512,2^{\circ}\text{C} / \text{s}.$

$$\mathbf{V2 \text{ refroidissement} = \text{env.} 19\,500^{\circ}\text{C} / \text{s}.$$

10 - 3 – Accélération entre 40 et 45 cm. sous la filière.

- Variation de vitesse sur 5 cm. soit 0,05 m.

$$4\,600 - 1\,250 = 3\,350 \text{ m./ min.} = 55,83 \text{ m./ s}.$$

- Comme la durée de passage est de $1,025 \cdot 10^{-3} \text{ s.}$, l'accélération est de :
 $55,83 / 1,025 \cdot 10^{-3} = 54\,468 \text{ m./ s.s.}$

$$\begin{aligned} \gamma &= \text{env. } 54\,500 \text{ m./ s}^{-2} \\ \gamma &= \text{env. } 5\,550 \text{ g} \end{aligned}$$

Cette accélération est énorme et l'on comprend que la présence d'impuretés de taille importante par rapport au diamètre des brins et d'une densité différente de celle du polymère puisse provoquer des ruptures de ces brins, d'où la nécessité d'une filtration fine avant le filage.

11 – RÉPONSES A LA ONZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

11 - 1 – Calcul du facteur de conversion pour obtenir h en kcal./ m², h, °C.

On a les équivalences suivantes :

$$\begin{aligned} 1 \text{ kcal} &= 10^3 \text{ cal.} \\ 1 \text{ m}^2 &= 10^4 \text{ cm}^2 \\ 1 \text{ h} &= 3\,600 \text{ s.} \end{aligned}$$

Le facteur de correction sera donc :

$$3\,600 \cdot 10^4 / 10^3 = 3,6 \cdot 10^4$$

$$\mathbf{h \text{ (kcal./m}^2, \text{ h, }^{\circ}\text{C)} = 3,6 \cdot 10^4 \cdot h \text{ (cal./ cm}^2, \text{ s, }^{\circ}\text{C)}}$$

11 - 2 – Calcul de K₂ pour obtenir h en kcal./ m², h, °C en exprimant les vitesses en m./ s. et la surface en m².

On a : $1 \text{ m./ s} = 10^{-2} \text{ cm./s}$

Transformons S en m² et V_F et V_a en m./ s., le terme $[1 + (8 \cdot V_a / V_F)^2]^{0,167}$ ne changeant pas, on peut écrire :

$$h = 0,473 \cdot 10^{-4} \cdot 3,6 \cdot 10^4 \cdot S \text{ (cm}^2)^{-0,334} \cdot V_F \text{ (cm./ s)}^{0,334} \cdot [1 + (8 \cdot V_a / V_F)^2]^{0,167}$$

$$h = 1,7028 \cdot S \text{ (cm}^2\text{)}^{-0,334} \cdot V_F \text{ (cm./s.)}^{0,334} \cdot [1 + (8 \cdot V_a/V_F)^2]^{0,167}$$

$$h = K_2 \cdot S \text{ (cm}^2\text{)}^{-0,334} \cdot V_F \text{ (cm./s.)}^{0,334} \cdot (10^4)^{0,334} \cdot (10^{-2})^{0,334} \cdot [1 + (8 \cdot V_a/V_F)^2]^{0,167}$$

$$K_2 = 1,7028 / [(10^4)^{0,334} \cdot (10^{-2})^{0,334}]$$

$$K_2 = 1,7028 / (10^2)^{0,334} = 0,3657$$

D'où

$$h \text{ (kcal./m}^2\text{, h, }^\circ\text{C)} = 0,366 \cdot S^{-0,334} \cdot V_F^{0,334} \cdot [1 + (8 \cdot V_a/V_F)^2]^{0,167}$$

S en m² - V_a et V_F en m./s.

11 - 2 – Calcul de K3 pour obtenir h en W / m², °C en exprimant les vitesses en m./s. et la surface en m².

Sachant que 1 cal = 4,184 J. et que 1 W = 1 J./s., le passage des kcal / h. aux W, c'est à dire aux J./s., s'effectue en multipliant K₂ par (4,184 . 1 000 / 3 600) = 1,163

$$K_3 = 0,366 \cdot 1,163 = 0,425$$

$$h \text{ (W./m}^2\text{, }^\circ\text{C)} = 0,425 \cdot S^{-0,334} \cdot V_F^{0,334} \cdot [1 + (8 \cdot V_a/V_F)^2]^{0,167}$$

S en m² - et V_a et V_F en m./s.

11 - 3 – Importance des différents facteurs.

On constate d'après la formule empirique précédente que les trois paramètres qui gouvernent le coefficient de transfert thermique sont :

- le débit de polymère (à vitesse de renvidage constante)
h croît lorsque le débit, donc la surface **S** du brin, diminue.
- La vitesse du brin V_F (donc la vitesse de renvidage à débit constant)
h croît lorsque la vitesse **V_F** du brin croît.
- La vitesse de l'air de refroidissement V_a
h croît lorsque la vitesse de l'air **V_a** croît (Néanmoins des phénomènes parasites apparaissent si l'on augmente ce paramètre au-delà d'une certaine valeur : collage de brins, mauvais U%, ... etc.)

Le poids de ces paramètres est à peu près identique. Pour le vérifier on peut calculer l'expression :

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

en donnant à S, V_a et V_F la valeur conventionnelle initiale de 1

	S	V_F	V_a	A
Valeurs initiales	1	1	1	2,008
Division de S par 2	0,5	1	1	2,531 (+ 26,0%)
Multiplication de V_F par 2	1	2	1	2,023 (+ 0,75%)
Multiplication de V_a par 2	1	1	2	2,526 (+ 25,8%)

Rappelons que ces conclusions s'appliquent au coefficient de transfert thermique et non pas à l'efficacité globale du refroidissement. En effet :

- Si l'on divise la section S par deux, on divise la masse à refroidir par deux, mais la surface d'échange n'est divisée que par $\sqrt{2}$, alors que le coefficient de transfert est multiplié par 1,26 d'où une efficacité de refroidissement par unité de masse, toutes autres conditions égales par ailleurs, multipliée par :

$$0,707 \cdot 1,26 / 0,5 = \mathbf{1,782}$$

- Si l'on multiplie la vitesse du brin V_F par deux, le coefficient de transfert thermique est multiplié par 1,0075 mais le temps de transfert est divisé par deux, d'où une efficacité de refroidissement par unité de masse multipliée par :

$$0,5 \cdot 1,0075 = \mathbf{0,504}$$

- Si l'on multiplie par deux la vitesse de l'air de refroidissement **Va** – toutes autres conditions égales par ailleurs – l'efficacité du refroidissement par unité de masse est alors multipliée par **1,258**

En résumé la vitesse de refroidissement :

- est très favorablement affectée par une diminution du titre au brin.
- est légèrement affectée par une augmentation de la vitesse de l'air de refroidissement.
- est défavorablement affectée par une augmentation de la vitesse du brin.

On peut néanmoins dire que pour un procédé qui implique une vitesse de renvidage constante et bien définie, l'efficacité du refroidissement ne dépendra pratiquement que du débit, donc du titre. En effet la meilleure efficacité obtenue par affinement du titre résulte de l'amélioration de la surface spécifique de refroidissement.

Remarquons enfin que les résultats présentés sont des tendances qui n'ont pas la précision mathématique que semblent leur donner les calculs qui précèdent. De plus ils supposent une matière qui reste homogène dans sa structure (polymère qui reste amorphe pendant tout le processus par exemple). C'est ainsi que pour les polymères semi-cristallins, l'apparition de la cristallisation induite peut notablement modifier les équations de transfert de chaleur, ce qui rend l'analyse mathématique très complexe.

11 - 4 – Calcul de h à 40 cm de la filière avec Va = 50 cm./ s.

En tout point du filament on a : **Q = V . S . ρ** avec :

$$Q = 60 / 30 = 2 \text{ g./ min} = 3,333 \cdot 10^{-5} \text{ kg./ s. par filament.}$$

$$V = 1\,250 \text{ m./ min} = 20,83 \text{ m./ s. à 40 cm de la filière.}$$

$$\rho = 1\,287 \text{ kg./ m}^3$$

On détermine la section **S** = $3,333 \cdot 10^{-5} / 20,83 \cdot 1\,287 = 1,243 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2$

On en tire le diamètre D = $3,98 \cdot 10^{-5} \text{ m}$ soit environ $4 \cdot 10^{-5} \text{ m} = 40 \text{ }\mu\text{m}$.

Il vient :

$$h \text{ (kcal./ m}^2, \text{ h, } ^\circ\text{C)} = 0,366 \cdot (1,243 \cdot 10^{-9})^{-0,334} \cdot (20,83)^{0,334} \cdot [1 + (8 \cdot 0,5/20,83)^2]^{0,167}$$

$$h = 958,2$$

h = environ 960 kcal./ m², h, °C

Calcul de l'abaissement moyen de la température de l'élément de brin.

- Surface latérale de l'élément de volume considéré – hauteur = 5 mm soit 0,005 m.

$$S = \pi D \cdot H = \pi \cdot 4 \cdot 10^{-5} \cdot 0,005 = 6,283 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2$$

- Volume de l'élément considéré :

$$V = \pi \cdot D^2 / 4 \cdot H = \pi / 4 \cdot (4 \cdot 10^{-5})^2 \cdot 0,005 = 6,283 \cdot 10^{-12} \text{ m}^3$$

- Poids de l'élément de volume :

$$P = V \cdot \rho = 6,383 \cdot 10^{-12} \cdot 1\,287 = 8,086 \cdot 10^{-9} \text{ kg.}$$

- Temps de passage sur 5 mm ($5 \cdot 10^{-3} \text{ m.}$) à 20,83 m./ s. (1 250 m./ min.) :

$$\tau = 5 \cdot 10^{-3} / 20,83 = 2,4 \cdot 10^{-4} \text{ s.} = 6,666 \cdot 10^{-8} \text{ h.}$$

- Différence moyenne de température entre le brin à 40 cm de la filière et l'air de refroidissement :

$$\Delta\theta = 172 - 22 = 150^\circ\text{C}$$

- Quantité de chaleur échangée en une heure entre l'élément de volume et l'air :

$$Q = h \cdot S \cdot \Delta\theta \cdot \tau = 960 \cdot 6,283 \cdot 10^{-7} \cdot 150 \cdot 6,666 \cdot 10^{-8}$$

$$Q = 6,03 \cdot 10^{-9} \text{ kcal./ h.}$$

- Abaissement moyen de température :

$$\Delta\theta = Q / P \cdot C_p = 6,03 \cdot 10^{-9} / (8,086 \cdot 10^{-9} \cdot 0,50) = 1,49^\circ\text{C}$$

$\Delta\theta = \text{environ } 1,50^\circ\text{C}$

En ce point du chemin de filage la vitesse de refroidissement est de : $1,50 / 2,4 \cdot 10^{-4} = 6\,250^\circ\text{C} / \text{s}$.

Etant donné la rapidité du phénomène, le refroidissement ne peut pas être homogène sur toute la section du brin. Le polymère fondu est un mauvais conducteur de la chaleur et le cœur du filament se refroidit moins facilement que la peau, et sa température reste supérieure. Pour chaque section du brin il existe un profil de température.

Par ailleurs, il convient de se rendre compte que le calcul de transfert de chaleur qui précède ne donne qu'une vue très grossière et très simplifiée d'un problème extrêmement complexe, qui ne peut être abordé qu'avec l'aide d'un ordinateur puissant, en considérant les éléments de volume successifs d'un brin d'une part et les conditions changeantes dues aux turbulences de l'air entre les brins d'autre part.

11 - 5 – Élévation de température constatée en un point du chemin de refroidissement.

L'élévation de température constatée est attribuable à l'apparition d'une cristallisation avec dégagement de chaleur. On peut citer comme ordre de grandeur de l'enthalpie de cristallisation une valeur de 12 kcal./ kg (environ 50 kJ./ kg), le taux de cristallinité final étant par exemple de 40%. Ce taux peut être nettement plus élevé selon les polymères (polyamides par exemple)

L'apparition d'une cristallisation perturbe évidemment les processus de transfert de chaleur liés au refroidissement des brins car il s'agit d'un phénomène exothermique.

On rappelle qu'il faut distinguer deux cas très différents en ce qui concerne la cristallisation d'un polymère semi-cristallin à partir de l'état fondu :

- Cristallisation du polymère au repos ou en très faible déformation : cristallisation statique.

Un phénomène de germination est nécessaire, non seulement pour initier la cristallisation mais également pour en assurer la croissance. La germination peut être **homogène** si elle se produit spontanément pendant le refroidissement sans l'influence de corps étrangers, ou **hétérogène** si elle est initiée par des corps étrangers : résidus catalytique, poussières, gels, ... etc.

La cinétique de cristallisation en fonction de la température est représentée par une courbe en cloche. Il existe une température pour laquelle la vitesse est maximale. Bien évidemment l'ensemble de la cette courbe en cloche se situe entre le point de fusion et la température de transition vitreuse T_g

- Cristallisation du polymère en déformation sous contrainte : cristallisation dynamique.

La contrainte supportée par le fil **exalte la cinétique de cristallisation** qui démarre à une température plus élevée, lors du refroidissement le long du chemin de filage, et qui est plus rapide par rapport à un polymère au repos. Par ailleurs l'effet d'extension des chaînes, ou plus précisément des enchevêtrements, permet d'obtenir des structures sphérolitiques différentes. Cette modification est plus ou moins importante selon que le polymère est plus ou moins semi-cristallin par nature.

L'étude de la cristallisation d'un polymère au repos en laboratoire est donc très insuffisante pour prévoir les phénomènes de cristallisation qui se produiront au cours d'un filage à haute vitesse.

12 – RÉPONSES A LA DOUZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

Rappels : Il faut exercer une contrainte si l'on désire allonger un barreau ou un cylindre d'une matière à l'état fondu ou dans un état plastique. Cette contrainte, qui conduit à une déformation élongationnelle, est la manifestation d'une viscosité dite "élongationnelle" symbolisée par β ou η_e .

La viscosité élongationnelle dépend non seulement de la température et du gradient de déformation mais également du temps de déformation :

- à $\dot{\epsilon}$ faible et/ou à temps petits : $\eta_e = 3 \eta_{\text{cisaillement}}$ $\longrightarrow$ c'est la loi de TROUTON.
- à $\dot{\epsilon}$ élevée, η_e peut prendre des valeurs très grandes. On mesure alors l'élasticité d'un melt orienté et la "viscosité" perd son sens.

12 - 1 – Viscosité élongationnelle au cœur et à la périphérie de l'élément de volume.

La différence de température entre le cœur et la peau étant par hypothèse de 6°C et la température du brin, mesurée en surface par I.R., à 40 cm en dessous de la filière étant de 172°C , on prendra donc par hypothèse :

température peau	$172^\circ\text{C} = 445\text{ K}$
température cœur	$178^\circ\text{C} = 453\text{ K}$

D'où :

$$\eta_{e 178^{\circ}\text{C}} = 0,0525 \cdot \exp [5\,500/453] = \mathbf{9\,841\,Pa.s} \text{ au cœur du brin.}$$
$$\eta_{e 172^{\circ}\text{C}} = 0,0525 \cdot \exp [5\,500/445] = \mathbf{12\,241\,Pa.s} \text{ en périphérie du brin}$$

$$\eta_e = \mathbf{\text{env. } 9\,850\,Pa.s \text{ au cœur et env. } 12\,250\,Pa.s \text{ en périphérie du brin}}$$

12 – 2 – Vitesse de déformation et contrainte.

La vitesse moyenne de déformation $\dot{\epsilon}$ s'exprime par dV/dx . En prenant des différences finies on a :

- entre 40 et 45 cm $\Delta V = 4\,600 - 1\,250 = 3\,350 \text{ m./min} = 55,83 \text{ m./s.}$
- dx entre 40 et 45 cm = 5 cm = $5 \cdot 10^{-2} \text{ m.}$

$$\dot{\epsilon} = \mathbf{55,83 / 0,05 = 1\,116 \text{ s}^{-1}}$$

La contrainte σ , exprimé en Pa, s'obtient par le produit de la viscosité élongationnelle η_e par la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$:

$$\sigma (\text{cœur}) = 9\,850 \cdot 1\,116 = 1,10 \cdot 10^7 \text{ Pa}$$
$$\sigma (\text{périphérie}) = 12\,250 \cdot 1\,116 = 1,37 \cdot 10^7 \text{ Pa}$$

$$\sigma = \mathbf{1,10 \cdot 10^7 \text{ Pa au cœur et } 1,37 \cdot 10^7 \text{ Pa en périphérie}}$$

Par définition $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N} / \text{m}^2 = 100 \text{ cN} / \text{m}^2$. Si l'on veut exprimer la contrainte en cN / tex il faut la ramener à la surface d'un brin de 1 tex avec une masse volumique de $1\,250 \text{ kg} / \text{m}^3$.

$$1 \text{ tex} = 1 \text{ g. pour } 1\,000 \text{ m. de brin} = 10^{-3} \text{ kg pour } 1\,000 \text{ m. de brin}$$

$$\text{Volume de } 1 \text{ tex} : 10^{-3} / 1\,250 = 8,0 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3$$

$$\text{Surface d'un brin de } 1 \text{ tex} : 8,0 \cdot 10^{-7} / 1\,000 = 8,0 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$$

Contrainte σ en cN / tex :

$$\sigma (\text{cœur}) = 1,10 \cdot 10^7 \cdot 8,0 \cdot 10^{-10} = 8,8 \cdot 10^{-3} \text{ N / tex}$$
$$\sigma (\text{périphérie}) = 1,37 \cdot 10^7 \cdot 8,0 \cdot 10^{-10} = 1,10 \cdot 10^{-2} \text{ N / tex}$$

$$\sigma = \mathbf{0,88 \text{ cN / tex au cœur et } 1,10 \text{ cN / tex en périphérie du brin}}$$

12 - 3 – Biréfringence du cœur et de la peau du brin.

Rappelons que si l'on mesure l'indice de réfraction $n_{||}$ dans une direction parallèle à l'axe de la fibre et l'indice de réfraction $n_{\perp}$ dans une direction perpendiculaire, on pourra définir en un point la biréfringence Δn :

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

Si on applique la relation $\Delta n = C \cdot \sigma$ avec $C = 0\,06 \text{ tex} / \text{cN}$ on aura :

$$\Delta n (\text{cœur}) = 0\,06 \cdot 0,88 = 52,8 \cdot 10^{-3}$$
$$\Delta n (\text{périphérie}) = 0,06 \cdot 1,10 = 66,0 \cdot 10^{-3}$$

$$\Delta n = \mathbf{52,8 \cdot 10^{-3} \text{ au cœur et } 66,0 \cdot 10^{-3} \text{ à la périphérie du brin}}$$

Plusieurs commentaires peuvent être faits sur ces résultats :

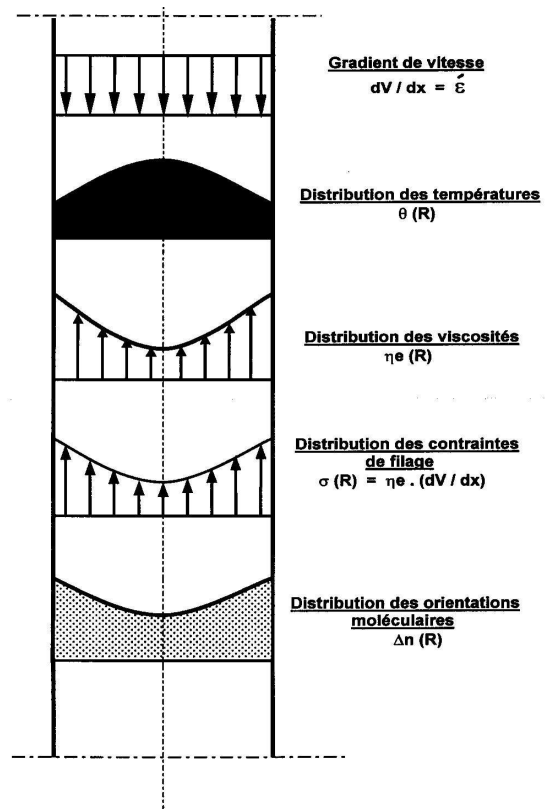
- L'augmentation de la vitesse de filage et de renvidage entraîne des niveaux de contrainte de plus en plus élevés dans le filament. Il en résulte une orientation moléculaire croissante avec la vitesse, ce qui se traduit par une augmentation de la biréfringence

- Une orientation moléculaire élevée (donc avec Δn important) facilite la cristallisation qui peut se développer rapidement. Comme une phase cristallisée est plus dense qu'une phase amorphe, on observe un accroissement de la masse volumique avec la vitesse de renvidage (jusqu'à 7 000 - 8 000 m./ min)
- Lorsque la vitesse de filage et de renvidage s'élève, des hétérogénéités se développent dans la section du filament : on obtient un effet cœur-peau. La figure R8 donne une idée des distributions de température, de viscosité, de contrainte et d'orientation moléculaire en un point donné d'un filament
 - dans le cas des polyesters textiles on constate à très haute vitesse de filage (9 000 m./ min.) un cœur peu biréfringent car la peau cristallise très rapidement et subit la presque totalité des contraintes.
 - dans le cas des polyamides les résultats sont plus complexes en raison des phénomènes liés à la reprise d'humidité :
- quelle que soit la vitesse de filage, la reprise d'humidité provoque, du fait de l'effet plastifiant de l'eau, un abaissement de la Tg. Pour un taux d'humidité supérieur à environ 33%, la Tg devient inférieure à la température ambiante (environ 25°C). La mobilité des macromolécules reste alors

MECANISME DE L'ORIENTATION MOLECULAIRE DANS LE FILAGE HAUTE VITESSE

(d'après J. SHIMIZU)

Figure R8



- * Elle commence en périphérie et se poursuivra vers le cœur du filament, la cinétique de cristallisation étant en fait gouvernée par la vitesse de diffusion de l'eau. L'augmentation de cristallinité se traduit par une augmentation de la biréfringence, l'amplitude du phénomène dépendant de l'orientation mémorisée par le fil selon les conditions du filage.
- * pour les fils faiblement orientés, la diffusion de l'eau se réalise dans des temps très courts, de l'ordre de quelques heures lorsque le fil est stocké dans une atmosphère standard.
- * pour des fils P.O.Y., la diffusion est beaucoup plus lente et l'homogénéisation complète du fil peut demander jusqu'à deux mois selon le type de polymère (PA 6-6 par exemple).

Un fil P.O.Y. prélevé juste après son renvidage va apparaître hétérogène en regard du critère de la biréfringence, le cœur étant moins biréfringent que la périphérie. Cette différence de biréfringence cœur-peau va s'atténuer au cours du temps comme le montre la figure R9. Pour des vitesses de filage-renvidage inférieures à 6 000 m./ min., cette différence va tendre vers zéro. Au contraire, pour des vitesses supérieures à 6 000 m./ min., il va subsister, même à l'équilibre, une légère biréfringence différentielle liée au gradient thermique qui existait au moment du refroidissement.

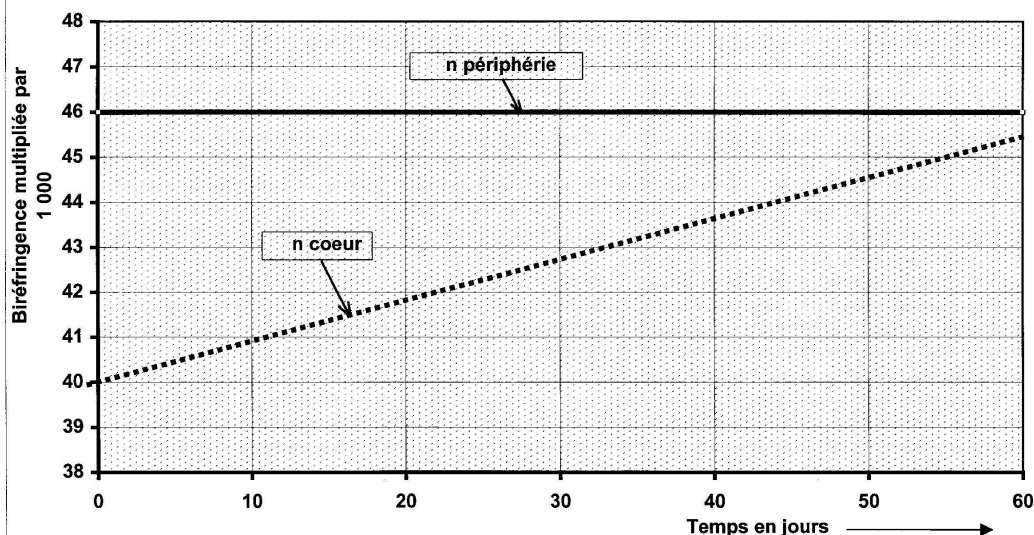


Figure R9

**EXEMPLE
D'EVOLUTION EN
FONCTION DU
TEMPS DE LA
BIREFRINGENCE
DU CŒUR ET DE
LA PERIPHERIE
D'UN FILAMENT DE
POLYAMIDE FILE A
5 000 m./min.**

13 – RÉPONSES A LA TREIZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

13 - 1 – Titre d'un fil de 30 brins.

On rappelle que le TITRE, exprimé en dtex, représente la masse en grammes d'une longueur de 10 000 m. de fil.

En 1 minute on consomme 60 g. de polymère pour produire 5 500 m. de fil, d'où le titre :

$$T = (60 \cdot 10\,000) / 5\,500 = 109$$

$$\boxed{T = 109 \text{ dtex}}$$

On désignera ce fil 109/30 selon la convention en usage.

13 - 2 – Diamètre D du fil considéré comme un monobrin.

- 5 500 m. du monobrin aurait une masse de 60 g., soit 0,060 kg.

- Volume de 5 500 m de monobrin :

$$0,060 / 1\,295 = 4,633 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$$

- Section du monobrin :

$$S = V / L = 4,633 \cdot 10^{-5} / 5\,500 = 8,423 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2$$

- Diamètre du monobrin :

$$D = \sqrt{4/\pi \cdot S} = \sqrt{4/\pi \cdot 8,423 \cdot 10^{-9}} = 1,036 \cdot 10^{-4} \text{ m.},$$

$$\boxed{D = \text{environ } 104 \text{ }\mu\text{m.}}$$

13 - 3 – Diamètre d d'un brin unitaire.

- 5 500 m. de brin unitaire ont une masse de :

$$0,060 / 30 = 0,002 \text{ kg.}$$

- Volume de 5 500 m. de monobrin :

$$0,002 / 1\,295 = 1,544 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$$

- Section d'un brin :

$$S = V / L = 1,544 \cdot 10^{-6} / 5\,500 = 2,807 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$$

- Diamètre d'un brin :

$$d = \sqrt{4/\pi \cdot S} = \sqrt{4/\pi \cdot 2,807 \cdot 10^{-10}} = 1,890 \cdot 10^{-5} \text{ m.}$$

$$\boxed{d = \text{environ } 19 \text{ }\mu\text{m.}}$$

13 - 4 – Structure à 30 brins cylindriques.

La figure **R10** montre un exemple d'arrangement d'une trentaine de brins cylindriques. On constate que le diamètre moyen est environ 6 fois celui d'un brin unitaire. Il n'est pas utile de rechercher une précision supplémentaire car la disposition présentée est toute théorique.

- Surface équivalente :

$$S_e = \pi/4 \cdot (6 \cdot 1,890 \cdot 10^{-5})^2 = 1,010 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2$$

- Surface de 30 brins :

$$S_b = 2,807 \cdot 10^{-10} \cdot 30 = 8,421 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2$$

- Surface des vides :

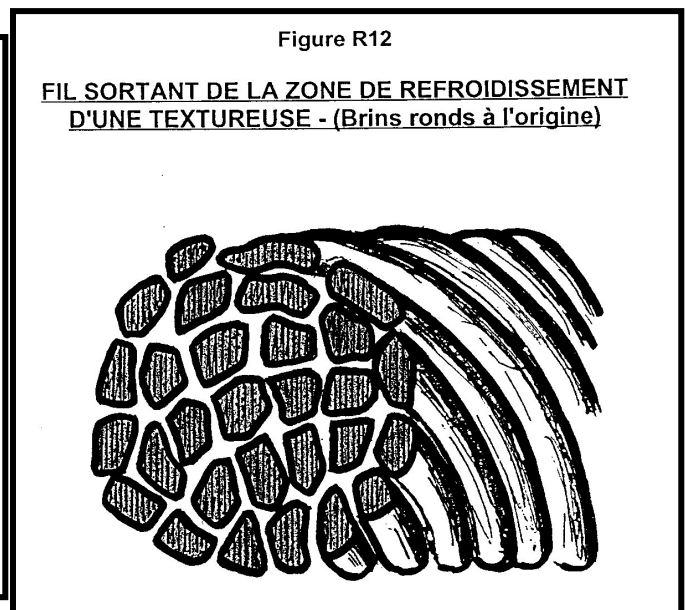
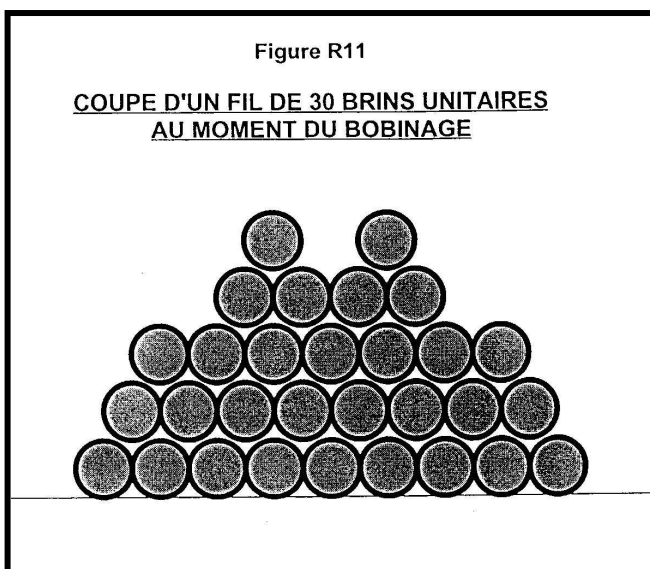
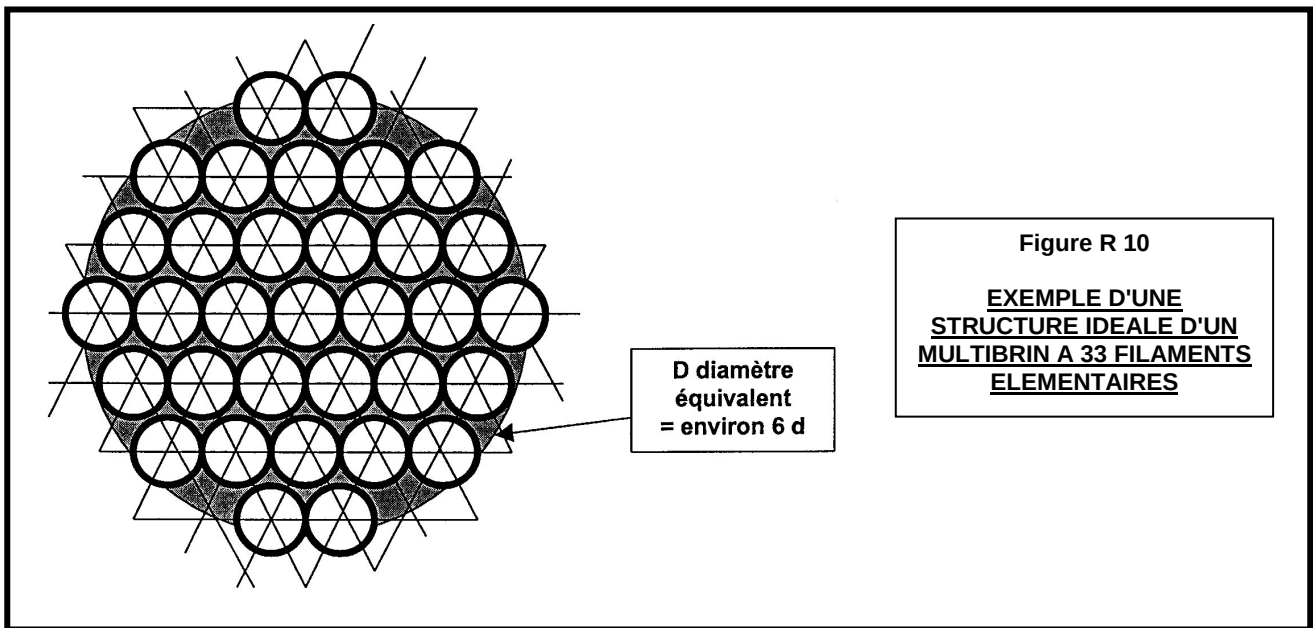
$$S_v = 1,010 \cdot 10^{-8} - 8,421 \cdot 10^{-9} = 1,679 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2$$

$$\boxed{\text{Soit : VIDE} = \text{environ } 16,5\% \text{ et PLEIN} = \text{environ } 83,5\%}$$

13 - 5 – Section globale d'un multibrin.

Dès qu'un multibrin rencontre un obstacle le long du chemin de filage-étirage tel que guide, rouleaux, guide papillon du bobinoir, etc, il se produit un étalement des brins unitaires. Cet étalement peut s'amplifier si le bobinoir est muni d'un cylindre pilote qui exerce également une pression. On peut alors avoir une section analogue à celle qui est représentée sur la figure **R11**

Remarquons cependant que ce fil retrouve une section globale sensiblement ronde, par exemple par torsion-friction-détorsion dans une machine de texturation friction. Par contre la section des brins unitaires peut être très fortement altérée comme le montre la figure R12.



14 – RÉPONSES A LA QUATORZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

14 - 1 – Débit volumique de la pompe gdulette.

On choisira a priori la formule C qui, pour un dépôt de 0,50% en matières actives au moment du filage, donne une teneur résiduelle de 0,30% après texturation, ce qui est la valeur exigée.

L'émulsion étant à une teneur de 10% en matières actives, il faudra donc déposer 5% en poids d'émulsion au moment du filage.

- Flux massique horaire de fil : $0,060 \cdot 60 = 3,60 \text{ kg./h}$
- Débit pondéral d'émulsion : $3,60 \cdot 5 / 100 = 0,180 \text{ kg./h.}$
- Débit volumique d'émulsion : $0,180 / 1000 = 1,8 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{h.}$

Débit pompe gdulette Q = 0,180 l./ h.

14 - 2 – Epaisseur de dépôt de matières actives sur un monobrin de 109 dtex.

- Volume de matières actives déposé en une heure :

$$10\% \text{ de } 1,8 \cdot 10^{-4} = 1,8 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 / \text{h.}$$

- Nous avons vu à la question 13 – 2 que le diamètre du monobrin équivalent était de $1,036 \cdot 10^{-4} \text{ m}$, sa longueur en une heure sera de :

$$5\,500 \cdot 60 = 330\,000 \text{ m.}$$

- D'où la surface latérale suivante :

$$S = \pi \cdot 1,036 \cdot 10^{-4} \cdot 330\,000 = 107,40 \text{ m}^2.$$

- Epaisseur de matières actives déposée au filage :

$$e_1 = V / S = 1,8 \cdot 10^{-5} / 107,40 = 1,67 \cdot 10^{-7} \text{ m.}$$

$$e_1 = \text{environ } 0,17 \text{ }\mu\text{m.}$$

- Epaisseur de matières actives après passage dans le four de la textureuse :

$$e_2 = 0,167 \cdot 0,30 / 0,50 = 0,100 \text{ }\mu\text{m}$$

$$e_2 = \text{environ } 0,1 \text{ }\mu\text{m.}$$

14 - 3 – Epaisseur de dépôt de matières actives en surface après diffusion à l'intérieur du multibrin :

D'après la réponse à la question 13 – 4, la surface vide dans la section d'un multibrin tel que celui étudié est d'environ $1,68 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2$.

Ainsi le volume d'interstices à remplir en une heure serait de :

$$1,68 \cdot 10^{-9} \cdot 5\,500 \cdot 60 = 5,54 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 / \text{h.} = 5,54 \text{ l. / h.}$$

Le volume des interstices est nettement supérieur à celui de l'émulsion d'ensimage déposée. L'hypothèse du remplissage des vides par l'émulsion est donc irréaliste. Néanmoins une petite part de l'émulsion se répand par capillarité entre les brins.

14 - 4 – Epaisseur de matières actives si chaque brin est uniformément recouvert.

Nous avons vu en réponse à la question 13 - 3 – que le diamètre d'un brin unitaire est de $1,9 \cdot 10^{-5} \text{ }\mu\text{m}$. d'où la surface à recouvrir en une heure pour 30 brins unitaires :

$$S = \pi \cdot 1,9 \cdot 10^{-5} \cdot 30 \cdot 5\,500 \cdot 60 = 590,93 \text{ m}^2$$

- Epaisseur de matières actives avant passage dans le four de la textureuse :

$$1,8 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3 / 590,93 \text{ m}^2 = 3,05 \cdot 10^{-8} \text{ m.}$$

$$e_3 = \text{environ } 0,030 \text{ }\mu\text{m} = \text{environ } 300 \text{ \AA}$$

- Epaisseur de matières actives après passage dans le four de la textureuse :

$$e_4 = 3,05 \cdot 10^{-8} \cdot 0,30 / 0,50 = 1,83 \cdot 10^{-8} \text{ m.}$$

$$e_4 = \text{environ } 0,018 \text{ }\mu\text{m.} = \text{environ } 180 \text{ \AA}$$

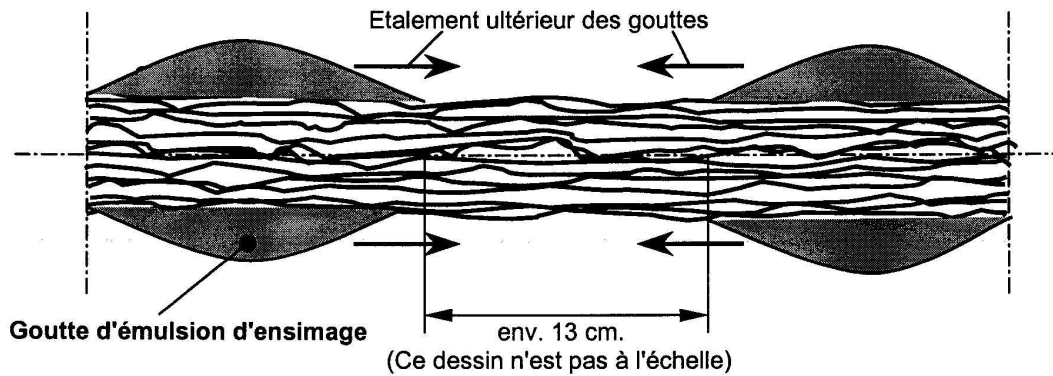
Cette extraordinaire minceur de dépôt laisse entendre que les matières actives ne sont pas uniformément réparties sur tous les brins.

14 - 5 – Longueur de fil non ensimé à chaque pulsation.

Avec l'hypothèse d'un débit pulsé en créneaux rectangulaires de fréquence 350 s^{-1} , on peut dire que pendant $1/700$ de seconde le débit d'émulsion est le double du débit nominal, alors que pendant le $1/700$ de seconde suivant il n'y a pas de dépôt d'émulsion. On a donc un dépôt en chapelet. Comme au niveau de la gudellette la vitesse du fil est de $5\,450 \text{ m./min.}$, la longueur de fil non ensimé à chaque pulsation sera :

$$5\,450 / (60 \cdot 700) = 0,12976 \text{ m.}$$

$$\text{longueur } l = \text{environ } 13 \text{ cm.}$$



Il est évident que la situation ne va pas en rester là et que les gouttes vont progressivement s'étaler en surface pour se rejoindre et également entre les brins unitaires. La formule de WASHBURN formalise la vitesse d'étalement :

$$dl/dt = (r \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta) / (4 \cdot \eta \cdot l)$$

l	= distance parcourue dans l'espace capillaire
γ_L	= tension superficielle du liquide.
θ	= angle de raccordement liquide/solide. (qu'on prendra égal à zéro)
t	= temps.
r	= "rayon" du capillaire (on assimile à un cercle l'interstice entre trois brins jointifs).

Il vient : $l \cdot dl = [(r \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta) / (4 \cdot \eta)] dt$

Soit en intégrant :

$$l^2/2 = [(r \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta) / (4 \cdot \eta)] t$$

$$t = [(2 \cdot l^2 \cdot \eta) / (r \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta)]$$

Pour un fil et un mode de dépôt donnés, **r** et **l** sont fixés par les conditions opératoires. De plus, avec les ensimages courants, on prend $\theta = 0$ d'où $\cos \theta = 1$

En conséquence, en ce qui concerne le choix de la formule d'ensimage du point de vue de la facilité d'étalement sur le fil, c'est à dire de la minimisation de **t** :

- Il faut avoir la viscosité de cisaillement la plus basse possible.
- Il faut avoir la tension superficielle la plus élevée possible.

15 – RÉPONSES A LA QUINZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

15 - 1 - Vitesses de rotation initiale et finale.

On a : $5\,500 \text{ m./min.} = \pi \cdot D \cdot N$

N	= vitesse de rotation en tr./min.
D	= diamètre en m.

Vitesse initiale : $N_{90 \text{ mm.}} = 5\,500 / \pi \cdot 0,090 = 19\,452$

$V_{90 \text{ mm}} \text{ initiale} = 19\,452 \text{ tr./min.}$

Vitesse finale : $N_{375 \text{ mm}} = 5\,500 / \pi \cdot 0,375 = 4\,668$

$V_{375 \text{ mm}} \text{ finale} = 4\,668 \text{ tr./min.}$

15 - 2 – Vitesse du guide-fil.

Posons :

Vr	= vitesse de renvidage en m./s. = $5\,500 / 60 = 91,66 \text{ m./s.}$
Vg	= vitesse linéaire du guide-fil (que l'on recherche)
D	= diamètre de la bobine en m.
C	= course du guide-fil en m.
N	= nombre de tours de la bobine pour un va-et-vient.
α	= angle de l'hélice du fil sur la bobine.

On peut dire alors : Durée d'un va-et-vient = $(\pi \cdot D \cdot N) / V_r = 2C / V_g$

Par ailleurs :

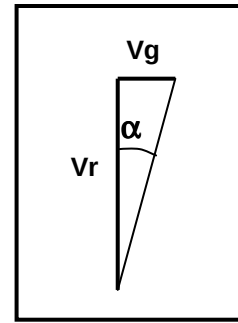
$$V_g / V_r = \tan \alpha$$

D'où :

$$V_g = V_r \cdot \tan \alpha$$

$$V_g = 91,66 \cdot \tan 5^\circ$$

$$V_g = 8,02 \text{ m./s.}$$



15 - 3 - Nombre de tours de bobine pour un va-et-vient.

$$N = (2 \cdot C \cdot V_r) / (\pi \cdot D \cdot V_g) = 2 \cdot C / (\pi \cdot D \cdot \tan \alpha)$$

N au début de la bobine : $N_{90 \text{ mm}} = 2 \cdot 0,150 / (\pi \cdot 0,090 \cdot \tan 5^\circ) = 12,13$

$$N_{90 \text{ mm}} = 12,13 \text{ tours}$$

N pour un diamètre de bobine de 375 mm. : $N_{375 \text{ mm}} = 2 \cdot 0,150 / (\pi \cdot 0,375 \cdot \tan 5^\circ) = 2,91$

$$N_{375 \text{ mm}} = 2,91 \text{ tours}$$

15 - 4 - Accélération du guide-fil.

On a un renversement de direction en $5 \cdot 10^{-4}$ s. soit :

- un passage de 8,02 m./s. à 0 m./s. en $2,5 \cdot 10^{-4}$ s.
- un passage de 0 m./s. à 8,02 m./s. en $2,5 \cdot 10^{-4}$ s.

D'où une accélération moyenne de : $8,02 / 2,5 \cdot 10^{-4} = 32\,080 \text{ m./s}^2$
Soit en divisant par 9,81 : $32\,080 / 9,81 = 3\,270 \text{ g}$

$$\gamma = 32\,080 \text{ m./s}^2 = 3\,270 \text{ g}$$

Force d'inertie du guide papillon : $F = M \cdot \gamma = 0,001 \cdot 32\,080 = 32,08 \text{ N}$

Masse apparente : $Ma = 0,001 \cdot 3\,270 = 3,27 \text{ kg}$

$$\text{Masse apparente du guide papillon} = 3,27 \text{ kg}$$

15 - 5 - Critiques sur le mode de dépôt du fil.

Lorsque la vitesse d'appel du fil sur la bobine et la vitesse de la came d'entraînement du guide-fil sont constantes, l'angle d'hélice est constant.

Les différentes couches de fils se recouvrent de façon aléatoire, sauf pour certains diamètres pour lesquels on se retrouve dans des conditions où il y a superposition exacte de deux couches successives, ce qui donne à l'enroulement une certaine fragilité et peut procurer des difficultés pour débobiner le fil. En effet les deux couches exactement superposées peuvent rouler l'une sur l'autre et s'entremêler. On dit que l'on se trouve dans une zone "d'ENVERGEURES" ou "d'ENVERGURES".

Il y a envergeures majeures lorsque le temps mis par le guide-fil pour accomplir un aller et retour est égal à celui que met la bobine pour accomplir un nombre **N entier** de tours.

Si, au cours d'un aller et retour du guide-fil, la bobine accomplit un nombre entier de tours plus une fraction $1/n$, les fils sont à nouveau en phase. Ils se superposent lorsque le guide a fait **n** allers et retours. On observe alors des envergeures harmoniques d'ordre n.

- L'écart entre 2 envergeures de même ordre est d'autant plus faible que le diamètre de la bobine est faible.
- L'importance du phénomène est d'autant moins sensible que l'ordre **n** de l'envergeure est plus élevée : il n'y a pratiquement plus d'effet au-delà de **n = 5**.

Afin d'éviter ces inconvénients, on "brouille" le mouvement de la came en faisant varier sa vitesse, donc l'angle de croisure, d'une faible valeur suivant une loi de fréquence déterminée ou pseudo-aléatoire plus ou moins complexe.

L'amplitude de cette variation de vitesse ne doit pas être trop élevée car toute variation de l'angle de croisure provoque une variation faible, mais non négligeable, de la longueur de parcours du fil de l'ordre de 0,5 mm./degré, d'où un risque de "brins tombés". En pratique on peut avoir des variations de vitesse de ± 5 à 10% par exemple. Sur les bobinoirs modernes, où le guide papillon unique est remplacé par des systèmes plus complexes, on conserve évidemment le principe d'un dépôt du fil à angle de croisement variable.

15 - 6 – Frottement du fil sur l'air.

Si la détermination de la tension prise par un monobrin rond en translation suivant son axe dans un milieu fluide plus ou moins visqueux, peut être assez exactement faite, le calcul devient complexe et imprécis pour un fil multibrins dont la cohésion et la forme enveloppe sont mal définies.

Pour avoir un ordre d'idée, on peut retenir qu'un fil de 100 dtex, dont les brins sont bien rassemblés en une structure circulaire, augmente sa tension du fait du frottement sur l'air d'environ 1 g. par mètre de parcours à la vitesse de 3 000 m./min.

Pour d'autres conditions de titre **T** et de vitesse **V**, on retiendra que la tension est proportionnelle à **V**² et à **T**

Ainsi on aurait, par exemple, pour 109 dtex et 5 500 m./min. :

$$\text{Tension} = 1 \cdot 109/100 \cdot (5\,000/3\,000)^2 = 3,663$$

$$\text{Tension} = \text{environ } 3,65 \text{ g./m.}$$

15 - 7 – Tension du fil sur la bobine en rotation et due à la force centrifuge. Voir la figure R13

Soit un élément de fil **M₁-M₂**, de longueur **dr** et de masse volumique **ρ**, qui s'enroule sur un cercle de rayon **r** qui tourne à la vitesse **ω**. Calculons la tension **t** minimale qu'il faut appliquer pour maintenir le fil au contact du cercle et vaincre les forces d'inertie centrifuge.

- Force centrifuge à laquelle est soumis l'élément de fil :

$$\mathbf{F} = \mathbf{dm} \cdot \boldsymbol{\gamma} \quad \text{avec} \quad \left| \begin{array}{l} \mathbf{dm} = \rho \cdot dr = \rho \cdot r \cdot d\alpha \\ \boldsymbol{\gamma} = \omega^2 \cdot r = V^2 / r \quad \text{avec } V = \text{vitesse périphérique} \end{array} \right.$$

En effet on a :

$$\begin{aligned} V &= 2 \cdot \pi \cdot r \cdot N \rightarrow V^2 = 4 \cdot \pi^2 \cdot N^2 \cdot r^2 \\ V^2/r &= 4 \cdot \pi^2 \cdot N^2 \cdot r \\ \omega &= 2 \cdot \pi \cdot N \rightarrow \omega^2 \cdot r = 4 \cdot \pi^2 \cdot N^2 \cdot r = V^2/r \end{aligned}$$

D'où il vient :

$$\mathbf{F} = \boldsymbol{\rho} \cdot \mathbf{V}^2 \cdot d\alpha$$

- Cet effort doit être équilibré par la résultante des tensions **t** en **M₁-M₂** :

$$\mathbf{F} = 2 \cdot \mathbf{t} \cdot \sin(d\alpha/2) \rightarrow \boldsymbol{\rho} \cdot \mathbf{V}^2 \cdot d\alpha = 2 \cdot \mathbf{t} \cdot \sin(d\alpha/2)$$

$$\text{d'où} \quad \mathbf{t} = \boldsymbol{\rho} \cdot \mathbf{V}^2 \cdot [d\alpha / (2 \cdot \sin(d\alpha/2))]$$

Lorsque **dα** tend vers zéro, l'expression **dα / (2 · sin(dα/2))** tend vers 1

D'où

$$\mathbf{t} = \boldsymbol{\rho} \cdot \mathbf{V}^2 \quad \left| \begin{array}{l} \mathbf{t} = \text{tension en Pa} = \text{N./m}^2 \\ \boldsymbol{\rho} = \text{masse volumique en kg./m}^3 \\ \mathbf{V} = \text{vitesse périphérique en m./s.} \end{array} \right.$$

On préfère en général utiliser des unités plus courantes et exprimer la tension **t** en gramme force, en fonction du titre **T** du fil en dtex et de la vitesse périphérique **V** en m./min.

$$1 \text{ Pa} = 1,0204 \cdot 10^{-5} \text{ kgf./cm}^2 = 1,0204 \cdot 10^2 \text{ gf./m}^2$$

Le titre **T** en dtex est le poids en grammes de 10 000 m de fil : son poids en kg sera : $10^{-3} \cdot T$ et son volume en m³ sera : $10^{-3} \cdot T / \rho$. Mais ce volume est également exprimé par : $10^4 \cdot \text{section } S \text{ en m}^2$.

$$\text{D'où : } S = (T/\rho) \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \quad \text{Par ailleurs : } V \text{ m./min} = 60 \cdot V \text{ m./s.}$$

$$\mathbf{t} \text{ en gf} = 1,0204 \cdot 10^2 \cdot \boldsymbol{\rho} \cdot \mathbf{V}^2 \cdot S = 1,0204 \cdot 10^2 \cdot \boldsymbol{\rho} \cdot (V^2 / 60^2) \cdot (T/\rho) \cdot 10^{-7}$$

$$t \text{ en gf} = 2,834 \cdot 10^{-9} \cdot T \cdot V^2$$

T en dtex et V en m./ min

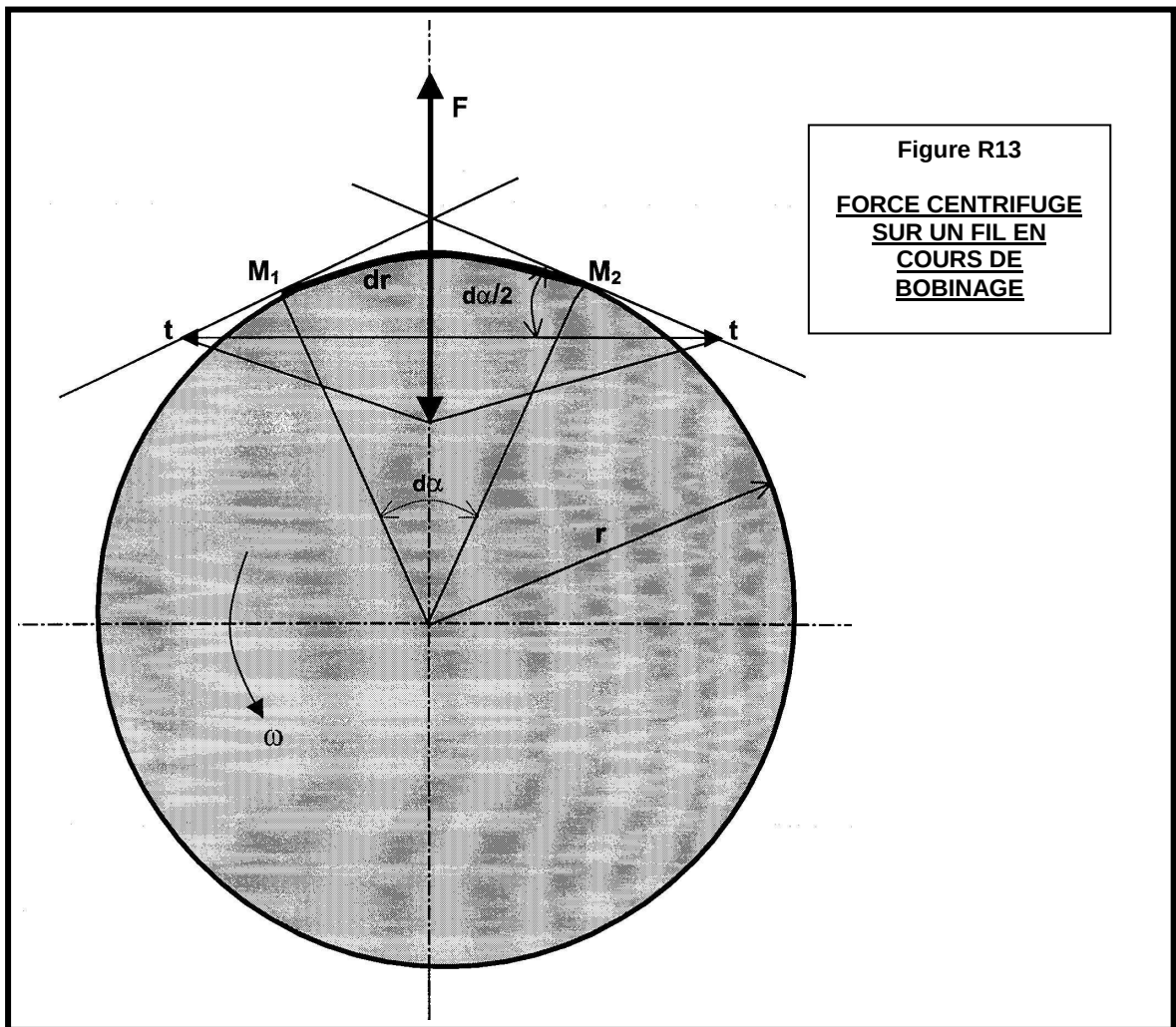
Contrairement à ce que l'on pourrait penser, la tension du fil sur bobine due à la force centrifuge est indépendante :

- du rayon r de la bobine.
- de l'arc embrassé.

Ainsi le fil que nous étudions, avec $T = 109$ dtex et $V = 5\,500$ m./ min., est soumis à une tension centrifuge de :

$$t = 2,832 \cdot 10^{-9} \cdot 109 \cdot 5\,500^2 = 9,34$$

$$t = 9,34 \text{ gf.}$$



16 – RÉPONSES A LA SEIZIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

16 - 1 – Evolution du diamètre des brins sous la filière.

En tout point du chemin de filage on a :

débit par trou $Q = \rho \cdot \pi \cdot (d^2/4) \cdot V = \text{constante}$

Q = débit par trou en kg./ s.
 ρ = masse volumique en kg./ m³
 d = diamètre du brin en m.
 V = vitesse linéaire en m./ s.

Dans notre cas :

$$Q = 60 \text{ g./min. pour 30 trous}$$

$$Q = 0,060 / (30.60) = 3,333 \cdot 10^{-5} \text{ kg./s. trou}$$

On aura donc :

$$d = \sqrt{4.Q / (\rho.\pi.V)}$$

Cas du renvidage à 1 000 m./ min. - $\rho = 1\,250 \text{ kg./m}^3$ et $V_{\text{finale}} = 1\,000 / 60 = 16,66 \text{ m./s.}$

$$d = \sqrt{(4 \cdot 3,333 \cdot 10^{-5}) / (1\,250 \cdot \pi \cdot V)}$$

soit si l'on veut exprimer d en μm $d (\mu\text{m}) = 184,25 \cdot \sqrt{1/V}$

Cas du renvidage à 5 500 m./ min – $V_{\text{finale}} = 5\,500 / 60 = 91,66 \text{ m./s.}$

- pour une distance à la filière $\leq 40 \text{ cm.}$ et $\rho = 1\,250 \text{ kg./m}^3$ on aura de même :

$$d (\mu\text{m}) = 184,25 \cdot \sqrt{1/V}$$

- pour une distance à la filière $> 40 \text{ cm.}$ et $\rho = 1\,305 \text{ kg./m}^3$:

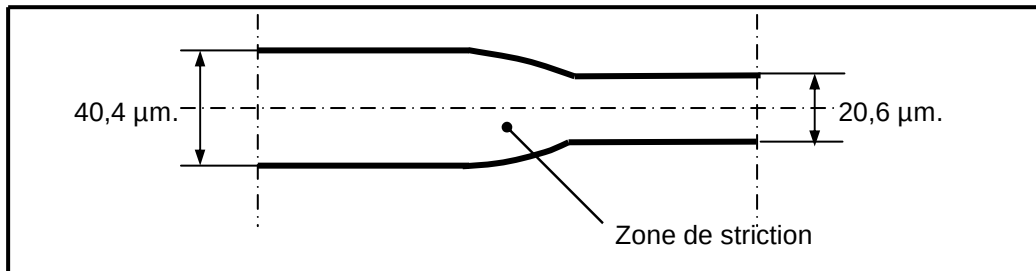
$$d = \sqrt{(4 \cdot 3,333 \cdot 10^{-5}) / (1\,305 \cdot \pi \cdot V)}$$

soit :

$$d (\mu\text{m}) = 180,33 \cdot \sqrt{1/V}$$

Le diamètre des brins est donné dans le tableau de la page suivante et sur la figure **R14** pour les deux vitesses considérées.

Lorsque le fil est appelé à 5 500 m./ min., le diamètre des brins décroît rapidement entre 40 et 45 cm en dessous de la filière, comme schématisé ci-dessous :



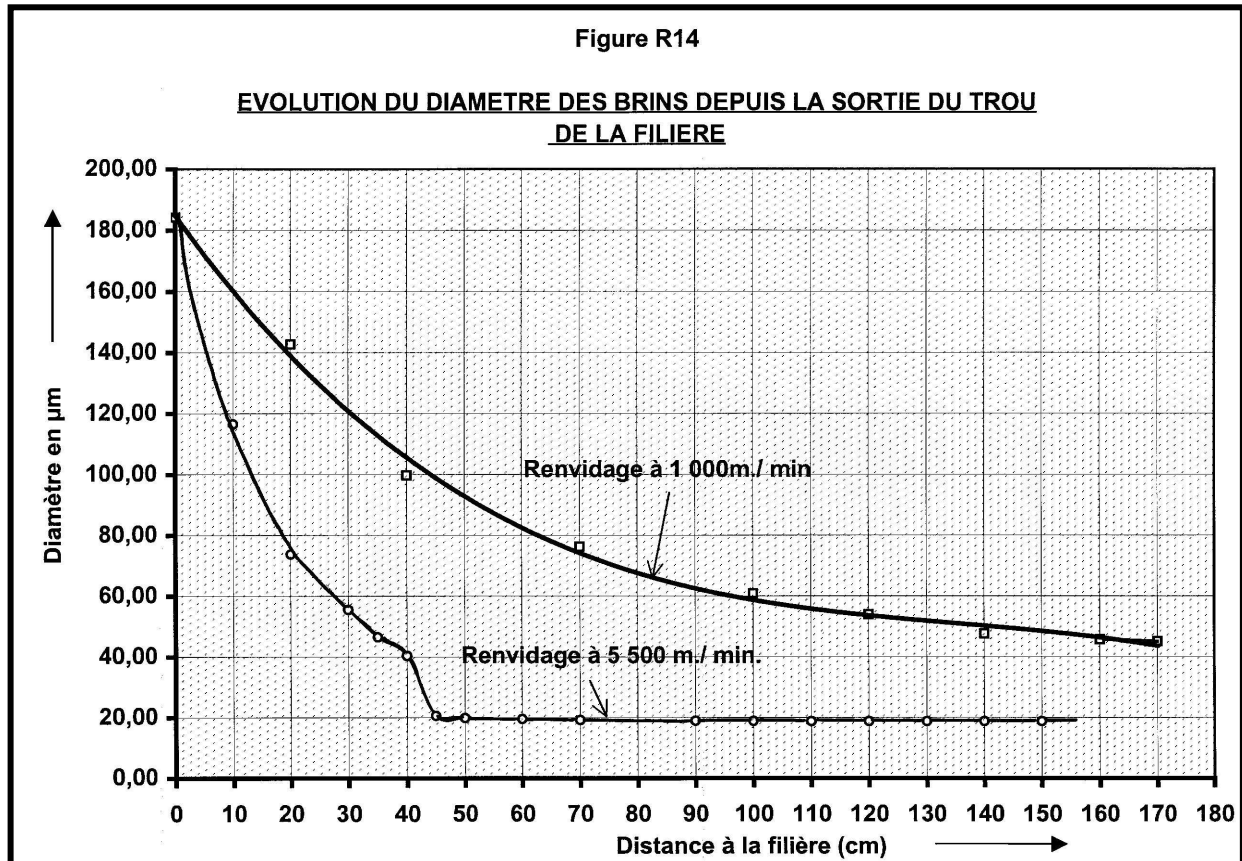
Dans la zone de striction ("necking" en anglais) le polymère cristallise très rapidement. Tous les polymères thermofusibles semi-cristallins ne sont pas sujet au phénomène de striction sur le chemin de filage direct à haute vitesse. Les polyesters y sont nettement plus sensibles que les polyamides par exemple.

Distance à la filière (cm)	Renvidage à 5 500 m./ min Diamètre des brin en μm	Renvidage à 1 000 m./ min Diamètre des brins en μm
0	184,2	184,2
10	116,5	-
20	73,7	142,7
30	55,5	-
35	46,5	-
40	40,4	99,7
45	20,6	-
50	19,95	-
60	19,6	-
70	19,3	76,3
90	19,0	-
100	18,9	60,85
110	18,8	-
120	18,8	53,9
130	18,8	-
140	18,8	53,9
160	18,8	45,7
170	18,8	45,1

16 - 2 – Evolution de la masse volumique.

Les masses volumiques utilisées pour étudier le renvidage direct à 1 000 et 5 500 m./ min. peuvent se justifier comme suit :

- A basse vitesse, c'est à dire en tout point du chemin de filage lorsque le renvidage est à 1 000 m./ min., et à des distances ≤ 40 cm. lorsque la vitesse de renvidage est de 5 500 m./ min., les filaments sont amorphes et faiblement orientés, d'où une masse volumique du solide proche de celle de la situation amorphe désorientée.
- A haute vitesse, c'est à dire pour des distances > 40 cm dans le cas du filage à 5 500 m./ min., les filaments sont plus ou moins cristallisés selon la nature du polymère et la masse volumique augmente en conséquence. (voir la réponse 11-5 à la 11^{ème} question)



17 – RÉPONSES A LA DIX SEPTIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

17 - 1 – Force spécifique et charge spécifique à la rupture.

Force spécifique à la rupture (ou ténacité) = Force / Titre initial = F / T_0

Le titre exorimé en tex est le poids en grammes de 1 000 m. de fil, on aura dans notre cas, avec un débit de 60 g./ min. :

$$T_0 (\text{tex}) = (60 \cdot 1\,000) / V. \text{renvidage en m./min.}$$

Contrainte à la rupture = Force / Titre à la rupture = $F / T_r = \sigma_r$

Si d_0 est le diamètre initial du brin et d_r le diamètre au moment de la rupture, on a :

$$T_0 (\text{tex}) = (\pi/4 \cdot d_0^2) \cdot \rho \cdot 10^3$$

$$T_r (\text{tex}) = (\pi/4 \cdot d_r^2) \cdot \rho \cdot 10^3$$

Si L_0 est la longueur initiale de l'échantillon et L_r sa longueur au moment de la rupture, on peut écrire :

$$(\pi/4 \cdot d_0^2) \cdot L_0 \cdot \rho = (\pi/4 \cdot d_r^2) \cdot L_r \cdot \rho$$

Soit :

$$L_0 \cdot T_0 = L_r \cdot T_r \quad \text{d'où} \quad T_r = (L_0 \cdot T_0) / L_r$$

Par ailleurs, l'allongement **A** s'exprime de la façon suivante :

$$\text{Allongement } A = (L_r - L_0) / L_0 = [(L_r / L_0) - 1] = \lambda - 1 \quad \text{en posant } L_r / L_0 = \lambda$$

$$\text{Soit : } L_r = (1 + A) \cdot L_0$$

Il en résulte :

$$T_r = (L_0 \cdot T_0) / (L_0 \cdot (1 + A)) = T_0 / (1 + A) = T_0 / \lambda$$

Soit en définitive si l'on pose :

$$A = (L_r - L_0) / L_0$$

$$\lambda = L_r / L_0$$

$$\sigma_r = (F / T_0) \cdot (1 + A) = (F \cdot \lambda) / T_0$$

On en déduit le tableau de résultats ci-dessous concernant les trois fils étudiés :

		1 000 m./ min.	3 600 m./ min.	5 500 m./ min.
Force	(cN)	600	450	392
Allongement rupture	(%)	500	130	75
A	(adimensionnel)	5,00	1,30	0,75
λ	(adimensionnel)	6,00	2,30	1,75
T_0	(tex)	60,00	16,66	10,90
T_r	(tex)	10,00	7,24	6,23
Ténacité = F/T_0	(cN/tex)	10,00	27,01	35,96
$\sigma_r = F \cdot \lambda / T_0$	(cN/tex)	60,00	62,12	62,93

17 - 2 – Intérêt de la contrainte à la rupture par rapport à la ténacité.

- La **ténacité** ne peut permettre de comparer que des fils ayant des titres initiaux et des allongements voisins.
- En revanche, la **contrainte à la rupture** permet de comparer la qualité intrinsèque de fils, obtenus à partir du même polymère, mais ayant des allongement et des titres initiaux différents, ce qui est le cas dans cet exercice.

17 - 3 – Conditions de l'étirage du fil obtenu à 1 000 m./ min.

La température minimale de l'étirage correspondra à la température de transition vitreuse T_g , c'est à dire **au moins à 67°C**.

En pratique, on se placerait au dessus (85 à 90°C par exemple) afin d'avoir un étirage régulier et homogène et éviter le phénomène de jaspage sur tissu, généralement dû à un étirage hétérogène). Dans notre cas il se produira une striction qui sera localisée sur le doigt d'étirage.

Selon la nature du polymère (polyester, polyamide,) et la température à laquelle est effectué l'étirage (proche ou très au-dessus de la T_g), on observe ou non une striction nette, comme dans le cas étudié. Lorsque la striction ne se produit pas, on constate alors une diminution progressive du diamètre des brins.

17 - 4 – Taux de cristallinité en poids Kp%

Le taux de cristallinité en poids **Kp** est tel que :

$$1/\rho = (Kp/\rho_c) + [(1 - Kp) / \rho_a]$$

avec :

ρ = masse volumique du matériau.

ρ_c = masse volumique de la phase cristalline

ρ_a = masse volumique de la phase amorphe

Soit après arrangement :

$$Kp = [(\rho - \rho_a) / (\rho_c - \rho_a)] \cdot (\rho_c / \rho)$$

$$\text{et } Kp\% = 100 \cdot Kp$$

Il s'agit d'une méthode d'évaluation de la cristallinité d'un matériau semi cristallin basé sur des déterminations de masse volumique (ou de densité).

	1 000 m./ min.	3 600 m./ min.	5 500 m./ min.
ρ	1 250	1 284	1 305
ρ_a	1 245	1 245	1 245
ρ_c	1 360	1 360	1 360
Kp%	4,7	35,9	54,4

- A 1 000 m./ min. la masse volumique de la phase amorphe est probablement supérieure à la masse volumique théorique ρ_a de la phase amorphe pure car l'échantillon est légèrement orienté. Ainsi le taux de cristallinité qui devrait être nul ne l'est pas : le taux de cristallinité est surestimé par cette méthode car l'on considère comme un effet d'une cristallisation sur la masse volumique ce qui n'est qu'un simple effet de l'orientation d'une phase amorphe.
- Au fur et à mesure que la vitesse de renvidage croît, on sous estime la masse volumique de la phase amorphe ρ_a , qui est de plus en plus orientée. Il en résulte qu'avec cette méthode dite "des densités" on surestime de plus en plus la valeur de K_p lorsque la vitesse de renvidage croît. Cependant la méthode des densités est moins lourde et moins coûteuse à mettre en œuvre que la détermination de la cristallinité par les rayons X.

17 - 5 – Différences entre les évaluations du retrait.

Les retraits eau bouillante (retrait E.B.) sont mesurés "en libre", c'est à dire que durant le test les fils ne subissent aucune tension. Par contre les mesures de retrait en fonction de la température sont réalisées avec une faible prétension des fils qui vient contrarier les forces de retrait développées par l'échantillon.

Ceci explique que les retraits E.B. soient plus élevés et que, dans certains cas lorsque la prétension utilisée est supérieure à la force de retrait, l'échantillon puisse fluer lors des mesures de retrait en fonction de la température.

17 - 6 – Interprétation des courbes "retrait = f (température)".

- Vitesse de renvidage de 1 000 m./ min. : Jusque vers environ 85°C, c'est à dire jusqu'à une température légèrement supérieure à la T_g , on observe une rétraction due à la disparition de l'orientation mémorisée par l'échantillon dans l'ensemble des zones amorphes.

Au delà, l'échantillon flue car la prétension est supérieure à la force de retrait. Ce fluage n'est pas consolidé par une cristallisation qui ne se produirait vraisemblablement qu'au delà de 125°C.

- Vitesse de renvidage de 3 600 m./ min. : Jusqu'à environ 100 °C le fil se comporte d'une façon identique au fil filé à 1 000 m./ min.

Au delà de 100°C et jusqu'à environ 125 °C, on observe un fluage avec compétition entre deux phénomènes : rétraction et cristallisation.

Au delà de 125°C, la cristallisation devient importante (cristallisation statique) par rapport à la rétraction. Le fluage subsiste mais à un niveau beaucoup plus faible que dans la zone 100 – 125°C.

- Vitesse de renvidage de 5 500 m./ min. : L'échantillon qui est déjà cristallisé (cristallisation sous contrainte durant le filage) ne peut pas se rétracter, car les cristallites agissent comme des points de réticulation et bloquent l'échantillon (image des grains de sable qui bloquent un mouvement).

A partir de 200°C environ, on observe une fusion progressive des cristallites : l'échantillon se rétracte alors progressivement.

Le pic obtenu est représentatif de l'orientation mémorisée par l'échantillon.

18 – RÉPONSES A LA DIX HUITIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

18 -1 – Signification du module d'YOUNG et de la limite élastique.

Pour une déformation purement élastique (on dit : une déformation HOOKIENNE), la contrainte σ et la déformation ϵ sont telles que :

$$\sigma = E \cdot \epsilon$$

σ = contrainte en cN/tex E = module d'YOUNG en cN/tex ϵ = déformation - sans dimension –
--

Ainsi, plus le module d'YOUNG est élevé, plus il est nécessaire d'exercer une contrainte importante pour obtenir une déformation donnée, tout en restant dans la zone des déformations élastiques recouvrables.

En fait le module d'YOUNG est la pente, ou la tangente à l'origine, de la courbe "contrainte / déformation".

La limite élastique correspond à l'allongement au-delà duquel la déformation n'est plus HOOKIENNE et commence à devenir permanente.

18 - 2 – Utilisation de fils en trame au cours d'un tissage.

Pour que le tissu obtenu soit régulier, il faut que le fil qui le constitue ne subisse au moment du tissage que des déformations purement élastiques, donc totalement et instantanément recouvrables.

La déformation que peut subir un fil en restant dans la zone élastique est telle que :

$$\sigma_{\max} = E \cdot \epsilon_{\max}$$

Dans le cas du fil de trame considéré on a :

$$\sigma_{\text{subie}} = 10 \text{ g/tex} = 10 \cdot 1,02 = 10,20 \text{ cN/tex}$$

La déformation que subira le fil sera égale à :

$$\epsilon = (10 \cdot 1,02) / E$$

Soit :

- pour le fil post-étiré $\epsilon = (10 \cdot 1,02) / 330 = 0,03090$
- pour le fil 5 500 m./ min. $\epsilon = (10 \cdot 1,02) / 150 = 0,06800$

Sachant que : **Allongement% = 100 . (exp.ε - 1)** on aura :

- Allongement subi par le fil post-étiré = 100 . (exp.0,0309 - 1) = **3,14%**
- Allongement subi par le fil 5 500 m./ min = 100 . (exp.0,0680 - 1) = **7,04%**

En conclusion on peut dire :

- Le fil obtenu directement à 5 500 m./ min. a de fortes chances d'être étiré au-delà de sa limite élastique qui est de 5,0%. Le tissu correspondant présentera vraisemblablement des défauts de jaspage.
- Par contre, le fil post-étiré ne subira pas de déformation supérieure à sa limite élastique.(6,8%) Le tissu correspondant ne devrait pas présenter de défauts d'aspect liés à des surétirages lors du passage en trame.

18 - 3 – Amélioration de la ténacité d'un fil.

On rappelle que la ténacité est le rapport de la charge de rupture en **cN** au titre initial du fil exprimé en **tex**. Elle s'exprimera donc en **cN/tex**.

Deux solutions sont théoriquement envisageables :

- Un étirage complémentaire : Une diminution du titre par étirage entraîne une augmentation naturelle de la ténacité qui est, à la relaxation près, proportionnelle au taux d'étirage. On rapporte en effet une charge de rupture donnée à un titre plus faible. L'inconvénient est évidemment une modification du titre initial. On notera que c'est cette procédure qu'on applique dans la fabrication des fils à usages techniques à qui l'on réclame des ténacités élevées et qui font l'objet de plusieurs étirages successifs au cours de leur fabrication.
- Une cristallisation complémentaire : En provoquant une cristallisation complémentaire sous tension, on augmente l'orientation globale des macromolécules. Il en résulte une augmentation de la charge de rupture et donc, à titre constant, de la ténacité.
Les cristaux déjà existants sont a priori très orientés, l'augmentation de la cristallinité par repliement de nouvelles chaînes sur la surface des cristaux existants conduit à une augmentation globale de degré d'orientation.

Les deux solutions peuvent être simultanément utilisées, que les fils soient obtenus de façon conventionnelle (filage + étirage différé) ou directement par filage à haute vitesse. Les augmentations de ténacité les plus favorables seront obtenues par un étirage au taux le plus élevé possible accompagné d'un traitement thermique à température élevée.

Les explications qui précèdent sont assez simplistes, elles doivent de plus être modulées selon le type de polymère traité.

19 – RÉPONSES A LA DIX NEUVIÈME SÉRIE DE QUESTIONS.

19 - 1 – Etablissement de la régression linéaire.

Calcul en variables codées : on désire établir une relation du type :

$$T = \alpha_0 + \alpha_1.X1 + \alpha_2.X2 + \alpha_3.X3$$

$$\begin{aligned}
- \text{Moyenne des points centraux } \overline{M_0} &= (T_1 + T_4 + T_7) / 3 = (35,90 + 36,10 + 36,05) / 3 = & \mathbf{36,02} \\
- \alpha_0 &= (T_2 + T_3 + T_5 + T_6 + 4\overline{M_0}) / 8 = (37,90 + 37,05 + 35,30 + 34,35 + 4 \cdot 36,02) / 8 = & \mathbf{36,085} \\
- \alpha_1 &= (+T_2 + T_3 - T_5 - T_6) / 4 = (37,90 + 37,05 - 35,30 - 34,35) / 4 = & \mathbf{1,325} \\
- \alpha_2 &= (+T_2 - T_3 + T_5 - T_6) / 4 = (37,90 - 37,05 + 35,30 - 34,35) / 4 = & \mathbf{0,450} \\
- \alpha_3 &= (+T_2 - T_3 - T_5 + T_6) / 4 = (37,90 - 37,05 - 35,30 + 34,35) / 4 = & \mathbf{-0,025}
\end{aligned}$$

On obtient en variables codées l'expression suivante :

$$T = 36,085 + 1,325.X_1 + 0,450.X_2 - 0,025.X_3$$

La masse moléculaire et la tension ont une influence positive sur la ténacité alors que la température apporte, dans les limites du plan d'expériences, une influence plutôt négative.

Calcul en variables réelles. Les coefficients trouvés doivent être divisés par le pas de variation utilisé

$$T \text{ (cN/tex)} = 36,085 + [1,325/1500 \cdot (\overline{Mn} - 15\,000)] + [0,450/0,10 \cdot (D - 1,40)] - [0,025/2 \cdot (\theta - 285)]$$

$$T \text{ (cN/tex)} = 36,085 + [8,33 \cdot 10^{-4} \cdot (\overline{Mn} - 15\,000)] + [4,50 \cdot (D - 1,40)] - [0,0125 \cdot (\theta - 285)]$$

En simplifiant il vient :

$$T \text{ (cN/tex)} = 20,85 + 8,33 \cdot 10^{-4} \cdot \overline{Mn} + 4,500 \cdot D - 0,0125 \theta$$

Pour le point central, la prévision $\widehat{M_0}$ sera :

$$T = 20,85 + 8,33 \cdot 10^{-4} \cdot 15\,000 + 0,450 \cdot 1,40 - 0,0125 \cdot 285 = \mathbf{36,08 \text{ cN/tex}},$$

Variabilité résiduelle :

$$S_R = \sum_{i=1}^3 (T_{0i} - \overline{M_0})^2$$

3 = nombre de tests au point central
 T_{0i} = résultat du test i au point central
 $\overline{M_0}$ = moyenne des résultats au point central

$$S_R = (35,90 - 36,02)^2 + (36,10 - 36,02)^2 + (36,05 - 36,02)^2 = 0,0217$$

$$\text{Variabilité résiduelle } S_R = 0,0217$$

19 - 2 – Vérification de l'ajustement linéaire.

Les calculs se feront sur les variables codées.

Détermination de la variabilité S_E :

$$S_E = 3(\overline{M_0} - \widehat{M_0})^2 + \sum_{i=1}^n (T_i - \widehat{T_i})^2$$

$\overline{M_0}$ = moyenne des résultats au point central
 $\widehat{M_0}$ = estimation de la valeur du point central
 T_i = résultat du test i
 $\widehat{T_i}$ = estimation du résultat du test i

$$\text{Estimation de } T_2 : 36,085 + 1,325(+1) + 0,450(+1) - 0,025(+1) = 37,835$$

$$\text{Estimation de } T_3 : 36,085 + 1,325(+1) + 0,450(-1) - 0,025(-1) = 36,985$$

$$\text{Estimation de } T_5 : 36,085 + 1,325(-1) + 0,450(+1) - 0,025(-1) = 35,235$$

$$\text{Estimation de } T_6 : 36,085 + 1,325(-1) + 0,450(-1) - 0,025(+1) = 34,285$$

$$S_E = 3 \cdot (36,08 - 36,02)^2 + (37,90 - 37,835)^2 + (37,05 - 36,985)^2 + (35,30 - 35,235)^2 + (34,35 - 34,285)^2$$

$$S_E = 0,0277$$

Calcul de la variable F de SNEDECOR

$$F = 2 \cdot S_E / (N - c - 3) \cdot S_R$$

N = nombre total de tests = 7
 2 = nombre de points au centre - 1
 c = nombre de variables testées = 3
 S_R = variabilité résiduelle (déjà calculée)

$$F = (2 \cdot 0,0277) / [(7 - 3 - 3) \cdot 0,0217] = \mathbf{2,55}$$

F étant très inférieur à la valeur de la table (18,5), l'ajustement linéaire est justifié

En se plaçant dans les meilleures conditions définies par le plan d'expériences

$$\overline{Mn} = 16\,500$$

$$D = 1,50 \text{ m.}$$

$$\theta = 283^\circ\text{C},$$

on peut évaluer la ténacité qui devrait en résulter :

$$T = 20,85 + (8,33 \cdot 10^{-4} \cdot 16\,500) + (4,500 \cdot 1,50) - (0,0125 \cdot 283) = \underline{\underline{37,80 \text{ cN/tex}}}$$

soit une amélioration de l'ordre de 5%

Remarque en conclusion : La méthode présentée a le mérite d'être simple à mettre en œuvre et à exploiter par le calcul en supposant la possession de tables de statistiques élémentaires. Il faut cependant ne pas oublier que la relation trouvée est linéaire ce qui implique qu'on fait l'hypothèse que la surface de réponse du domaine exploré est un plan. Cette hypothèse peut être admise pour dégrossir un problème mais une optimisation fine devra, le plus souvent, faire appel à des méthodes plus élaborées.

FIN DES RÉPONSES AUX QUESTIONS DE L'EXERCICE