

①② **CERTIFICAT D'UTILITÉ** **B3**

⑤④ Procédé de fabrication d'un fil élastique par extrusion filage à voie fondue.

②② Date de dépôt : 21.12.22.

③③ Priorité : 18.07.22 FR 2207328.

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *DECATHLON Société européenne*
— FR.

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 19.01.24 Bulletin 24/03.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
certificat d'utilité : 02.08.24 Bulletin 24/31.

⑤⑥ Les certificats d'utilité ne font pas l'objet d'un
rapport de recherche.

⑦② Inventeur(s) : *ALMUHAMED Sliman, THIEL Jan et
KROOß Felix.*

⑦③ Titulaire(s) : *DECATHLON Société européenne.*

⑦④ Mandataire(s) : *CABINET GERMAIN ET MAUREAU.*

FR 3 137 927 - B3



Description

Titre de l'invention : Procédé de fabrication d'un fil élastique par extrusion filage à voie fondue

- [0001] La présente invention porte sur un procédé de fabrication d'un fil élastique recyclable, utilisable en particulier pour la fabrication de textiles et d'articles chaussants.
- [0002] Les textiles élastiques sont connus depuis de nombreuses années. De tels textiles peuvent par exemple être utilisés dans le domaine du sport, pour fabriquer des vêtements tels que des collants de sport, des chaussettes, des maillots de bain, mais aussi des chaussures. L'élasticité de ces textiles est généralement obtenue au moyen de fils d'élasthanne, qui peuvent par exemple être présents dans le textile dans une teneur allant de 2 à 50% de la composition totale en fils et/ou fibres du textile. L'élasthanne est un polyuréthane segmenté sous la forme d'un copolymère d'un segment mou et d'un segment dur. Le fil d'élasthanne possède un niveau d'étirement, ou allongement, élevé : ce fil peut par exemple être étiré à plus de 600% de sa longueur d'origine avant de casser. Le fil d'élasthanne possède également un pouvoir de récupération, ou retour élastique, élevé : ainsi, après avoir été étiré à plusieurs reprises, ce fil retrouve, lorsqu'on relâche la contrainte d'étirement, une longueur très proche de sa longueur d'origine, par exemple une longueur allant de 90% à 100% de sa longueur d'origine.
- [0003] Toutefois, la production et l'utilisation du fil d'élasthanne présentent plusieurs inconvénients.
- [0004] Selon l'ADEME (Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie), la production de 1 kg de fil d'élasthanne génère 21 kg d'équivalent CO₂ (ADEME Base Impact V2.01). La production de fil d'élasthanne a par conséquent un impact environnemental négatif relativement élevé.
- [0005] Par ailleurs, l'élasthanne étant un matériau thermodurcissable, il se dégrade avant d'être fondu. L'élasthanne ne peut ainsi donc pas être recyclé thermiquement. Un recyclage chimique de l'élasthanne pourrait être envisagé, mais l'usage nécessaire de solvants dans un tel procédé génère un impact environnemental trop élevé pour qu'il apparaisse raisonnable de le mettre en œuvre.
- [0006] Par conséquent, à ce jour en Europe, les textiles contenant de l'élasthanne sont généralement incinérés ou mis en décharge. L'impact de ces procédés sur l'environnement est dommageable. Ainsi, toujours selon l'ADEME, 1 kg de textile incinéré émet 0,4 kg d'équivalent CO₂ et 1 kg de textile enfoui émet 2,2 kg d'équivalent CO₂ (ADEME Base Impact V2.01).
- [0007] Ainsi, au regard des considérations environnementales actuelles, il subsiste le besoin de disposer de textiles élastiques recyclables. A cet égard, il subsiste le besoin de

disposer de fils élastiques recyclables, qui présenteraient des propriétés élastiques comparables, voire supérieures, à celles des fils élastiques existants non recyclables tels que les fils d'élasthanne. Ces fils élastiques recyclables devraient également pouvoir être associés à des fils non élastiques également recyclables, afin de produire des textiles élastiques totalement recyclables, quelle que soit la proportion de fils élastiques au sein desdits textiles.

[0008] La présente invention vise à remédier à ce besoin en proposant un procédé de fabrication d'un fil élastique recyclable par le procédé d'extrusion par voie fondue.

[0009] La présente invention porte sur un procédé de fabrication d'un fil élastique par filage à voie fondue au moyen d'une machine de filage comprenant une extrudeuse, une pompe doseuse de filage, un pack de filage comprenant au moins une filière, un système de refroidissement, au moins un rouleau délivreur et au moins un rouleau étireur, ledit procédé comprenant au moins les étapes suivantes :

- A) ladite extrudeuse est alimentée en granulés d'un copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther, les blocs polyamide étant choisis parmi le PA 11, PA 12, PA 1010, PA 1014, leur copolymère et leur mélange, les blocs polyéther étant des blocs issus du polytétraméthylèneglycol, la dureté du copolymère mesurée selon la norme 7619-1 étant comprise entre 22 et 61 ShD, afin d'obtenir par extrusion un élastomère fondu du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther,
- B) l'élastomère fondu obtenu à l'étape A) est filé au sein de la filière dudit pack de filage afin d'obtenir un fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther,
- C) le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'étape B) est soumis à la sortie de la filière à un refroidissement jusqu'à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C,
- D) le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther est soumis à un étirage préliminaire à la température de l'étape C),
- E) le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape D) est soumis à un étirage à chaud à une température strictement supérieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 50°C à environ 125°C, de préférence allant d'environ 90°C à environ 120°C,
- F) le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape E) est soumis à un étirage à froid à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.

- [0010] Dans la présente demande, on entend par fil toute fibre de longueur infinie. En particulier, le fil peut être sous la forme de monofilaments ou de multifilaments.
- [0011] Dans la présente demande, on entend par température de transition vitreuse la température en dessous de laquelle un polymère est à l'état vitreux (solide) et au-dessus de laquelle ledit polymère présente un état caoutchoutique (comportement de solide plastique).
- [0012] Le procédé selon l'invention permet d'obtenir un fil élastique à base d'un copolymère recyclable, ledit fil élastique présentant d'excellentes propriétés élastiques. En particulier, le fil élastique obtenu par le procédé selon l'invention présente un allongement, ou élongation à la rupture, supérieur ou égal 106%, par exemple supérieur ou égal à 131%, par exemple supérieur ou égal à 164,5%, par exemple supérieur ou égal à 180%, par exemple supérieur ou à 200%, par exemple d'environ 233,3%, mesuré selon la méthode décrite dans l'Exemple 1 du présent document. De même, le fil élastique obtenu par le procédé selon l'invention présente un retour élastique pouvant aller jusqu'à 96,6%, mesuré selon la méthode décrite dans l'Exemple 1 du présent document. Par ailleurs, le fil élastique obtenu par le procédé selon l'invention présente une déformation permanente particulièrement faible, par exemple de l'ordre de 2,5%, mesuré selon la méthode décrite dans l'Exemple 1 du présent document.
- [0013] Un autre aspect de l'invention se rapporte à un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, présentant une élongation moyenne à la rupture, mesurée selon la norme DIN ISO 13895, supérieure ou égale à environ 106%, de préférence supérieure ou égale à environ 131%, de préférence supérieure ou égale à 164,5%, de préférence supérieure ou égale à 180%, par exemple d'environ 233,3%, et/ou présentant un retour élastique, mesuré selon la norme DIN 53835-2, supérieur ou égal à environ 86,5%, de préférence supérieur ou égal à 91,8%, de préférence supérieur ou égal à 94%, de préférence supérieur ou égal à 96,3%, par exemple d'environ 96,6%.
- [0014] Ainsi, un aspect de l'invention se rapporte à un à un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, présentant une élongation moyenne à la rupture, mesurée selon la norme DIN ISO 13895, d'environ 106%, et un retour élastique, mesuré selon la norme DIN 53835-2, d'environ 86,5%.
- [0015] Un aspect de l'invention se rapporte à un à un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, présentant une élongation moyenne à la rupture, mesurée selon la norme DIN ISO 13895, d'environ 131%, et un retour élastique, mesuré selon la norme DIN 53835-2, d'environ 94%.
- [0016] Un aspect de l'invention se rapporte à un à un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, présentant une élongation moyenne à la rupture, mesurée selon la norme DIN ISO 13895, d'environ 164,5%, et un retour élastique, mesuré selon la norme DIN 53835-2, d'environ 91,8%.

- [0017] Un aspect de l'invention se rapporte à un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, présentant une élongation moyenne à la rupture, mesurée selon la norme DIN ISO 13895, d'environ 180%, et un retour élastique, mesuré selon la norme DIN 53835-2, d'environ 96,3%.
- [0018] Un aspect de l'invention se rapporte à un à un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, présentant une élongation moyenne à la rupture, mesurée selon la norme DIN ISO 13895, d'environ 233,3%, et un retour élastique, mesuré selon la norme DIN 53835-2, d'environ 96,6%.
- [0019] Un autre aspect de l'invention se rapporte à un textile comprenant au moins un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention.
- [0020] Un autre aspect de l'invention porte sur un procédé de recyclage d'un textile comprenant au moins un fil élastique selon l'invention, et au moins un fil thermo-plastique, en polyamide de préférence, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- [0021] - i) ledit textile est broyé afin d'obtenir des particules,
- [0022] - ii) les particules issues de l'étape ii) sont ensuite fondues au sein d'une extrudeuse afin d'obtenir des granulés dudit mélange.
- [0023] Le procédé de recyclage peut comprendre en outre l'étape iii) suivante :
- [0024] - iii) un fil recyclé est filé par extrusion par voie fondue à partir des granulés obtenus à l'étape ii).
- [0025] Les granulés issus de l'étape ii) constituent des matières premières pour toutes applications et notamment de textile.
- [0026] Dans la présente demande, on entend par « textile » tout matériau réalisé à partir de fibres ou de fils. En particulier, le textile peut être un arrangement de fibres et/ou de fils sous la forme d'un tricot, d'un tissé, d'un non-tissé, d'une tresse et leurs combinaisons.
- [0027] Un autre aspect de l'invention se rapporte à un vêtement comprenant au moins un fil élastique susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention.
- [0028] Un autre aspect de l'invention est une installation configurée pour mettre en œuvre le procédé selon l'invention, ladite installation comprenant :
- [0029] - une machine de filage comprenant une extrudeuse, une pompe doseuse de filage, un pack de filage comprenant au moins une filière,
- [0030] - un système de refroidissement disposé à la sortie de la filière,
- [0031] - au moins un rouleau délivreur disposé à la sortie du système de refroidissement,
- [0032] - au moins un premier rouleau étireur, disposé en aval du rouleau délivreur,
- [0033] - au moins un deuxième rouleau étireur, disposé en aval du premier rouleau étireur,
- [0034] - un moyen de chauffage disposé entre le rouleau délivreur et le premier rouleau étireur.

- [0035] Dans la présente demande, on entend par « amont » la direction allant vers le lieu de « naissance » ou d'extrusion du fil (pack de filage) et par « aval » la direction opposée, autrement dit la direction allant vers le lieu de stockage du fil élastique, une fois que le fil a subi l'ensemble des étirages souhaités.
- [0036] Le procédé de fabrication d'un fil élastique selon l'invention est basé sur la technique du filage à voie fondue utilisant l'extrusion-filage d'un polymère fondu au sein d'une extrudeuse puis d'un pack de filage. A cet égard, les différentes étapes du procédé telles que décrites ci-dessous sont réalisées en continu.
- [0037] Ainsi, dans une première étape du procédé selon l'invention, une extrudeuse est alimentée en granulés d'un copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther, les blocs polyamide étant choisis parmi le PA 11, PA 12, PA 1010, PA 1014, leur copolymère et leur mélange, les blocs polyéther étant des blocs issus du polytétraméthylène glycol, la dureté du copolymère mesurée selon la norme 7619-1 étant comprise entre 22 et 61 ShD, afin d'obtenir par extrusion un élastomère fondu du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther.
- [0038] La nomenclature utilisée pour définir les polyamides est décrite dans la norme ISO 1874- 1:2011 "Plastiques - Matériaux polyamides (PA) pour moulage et extrusion - Partie 1 : Désignation", notamment en page 3 (tableaux 1 et 2) et est bien connue de l'homme du métier.
- [0039] Il est par ailleurs précisé que les expressions "compris entre... et..." et "de... à..." utilisées dans la présente description doivent s'entendre comme incluant chacune des bornes mentionnées.
- [0040] Le mot « polyamide » couvre à la fois les homopolyamides et les copolyamides.
- [0041] Le copolymère utilisé dans le procédé selon l'invention présente une dureté mesurée selon la norme 7619-1 comprise entre 22 et 61 ShD, de préférence entre 22 et 55 ShD, de préférence entre 22 et 40 ShD.
- [0042] Les blocs polyamide peuvent être choisis parmi le PA 11, PA 12, leur copolymère et leur mélange. De préférence, les blocs polyamide sont des blocs PA 11.
- [0043] Un copolymère utilisable dans le procédé selon l'invention est le produit vendu sous la dénomination commerciale « PEBAX® RNEW 35R53 SP 01 » par la société Arkema. Ce copolymère élastomère présente les caractéristiques suivantes :
- une densité de 1020 Kg/m³, mesurée selon la norme ISO 1183,
 - une dureté de 25 shore D, à 15 secondes, mesurée selon la norme ISO 7619-1,
 - un point de fusion de 135°C, mesuré selon la norme ISO 11357-1/-3,
 - une teneur en composant biosourcé, tel que le polyamide PA 11, de 29%, mesurée selon la norme ASTM D6866.
- [0044] Un autre copolymère utilisable dans le procédé selon l'invention est le produit vendu sous la dénomination commerciale « PEBAX® 7033 SP 01 » par la société Arkema.

Ce copolymère élastomère présente les caractéristiques suivantes :

- une densité de 1010 Kg/m³, mesurée selon la norme ISO 1183,
- une dureté de 61 shore D, à 15 secondes, mesurée selon la norme ISO 7619-1,
- un point de fusion de 172°C, mesuré selon la norme ISO 11357-1/-3.

[0045] Un autre copolymère utilisable dans le procédé selon l'invention est le produit vendu sous la dénomination commerciale « PEBAX® 2533 SA 01 » par la société Arkema.

Ce copolymère élastomère présente les caractéristiques suivantes :

- une densité de 1000 Kg/m³, mesurée selon la norme ISO 1183,
- une dureté de 22 shore D, à 15 secondes, mesurée selon la norme ISO 7619-1,
- un point de fusion de 134°C, mesuré selon la norme ISO 11357-1/-3.

[0046] Pour procéder à la première étape du procédé selon l'invention, le copolymère peut être préalablement séché afin de ramener la teneur en humidité du copolymère inférieure à 200 ppm. Les tests de caractérisation de la teneur en humidité peuvent par exemple être effectués à l'aide de la méthode de titrage Karl-Fischer.

[0047] La machine de filage comprend une extrudeuse, par exemple une extrudeuse à vis, une pompe doseuse de filage et un pack de filage. Le pack de filage comprend généralement une filière. Le pack de filage peut également contenir de façon classique une plaque de distribution, un filtre métallique, et un sable filtrant. L'extrudeuse et la pompe de filage sont purgées avant leur alimentation en copolymère. La machine de filage comprend également un système de refroidissement, au moins un rouleau délivreur, par exemple une paire de rouleaux délivreurs, au moins un rouleau étireur, par exemple une paire de rouleaux étireurs. Les rouleaux étireurs peuvent être chauffables ou non. La machine de filage comprend également de préférence un rouleau de bobinage pour stocker le fil produit.

[0048] Selon une première étape, étape A) du procédé selon l'invention, les granulés de copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther tel que décrit ci-dessus sont introduits dans l'extrudeuse au sein de laquelle ils sont fondus. A la sortie de l'extrudeuse, on obtient un élastomère fondu du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther. Selon une deuxième étape, étape B) du procédé selon l'invention, l'élastomère fondu obtenu à l'étape A) est filé au sein de la filière du pack de filage afin d'obtenir un fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther. La pompe doseuse de filage contrôle le flux de l'élastomère vers la filière du pack de filage. Le filtre métallique et le sable filtrant peuvent servir à éliminer les impuretés. L'élastomère est injecté dans la filière. A la sortie de la filière, un fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther est établi.

[0049] Selon une troisième étape, étape C) du procédé selon l'invention, le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther est soumis à la sortie de la filière à un refroidissement jusqu'à une température strictement inférieure à la température de

transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.

- [0050] Le refroidissement du fil peut être effectué par air ou par trempe à l'eau, en fonction de l'épaisseur du fil et de l'efficacité du système de refroidissement. Dans le cas d'une trempe à l'eau, le fil peut être par exemple amené à traverser un réservoir rempli d'eau à une température de 20-25°C.
- [0051] Dans le cas d'un refroidissement par air, le fil peut être amené à traverser un courant d'air froid, par exemple porté à une température allant de 10 à 25°C.
- [0052] Durant l'étape de refroidissement, le fil se solidifie.
- [0053] Selon une quatrième étape, étape D) du procédé selon l'invention, le fil est soumis à un premier étirage, ou étirage préliminaire, à la température de l'étape C). Cet étirage préliminaire à froid permet de conférer au fil une première élasticité.
- [0054] Dans une forme de réalisation, le fil quittant la filière du pack de filage de l'étape B) selon une vitesse linéaire de pompe doseuse de filage VP, le fil est étiré à l'étape D) en passant sur un rouleau délivreur présentant une vitesse linéaire de délivreur V1, V1 étant choisie de telle sorte que le taux D1 de l'étirage préliminaire est supérieur ou égal à 2,53, où $D1 = V1/VP$. Un tel taux d'étirage préliminaire permet de conférer au fil une élasticité significative tout en conservant au fil une bonne ténacité, et donc de bonnes propriétés mécaniques.
- [0055] Dans la présente demande, on entend par « vitesse linéaire » d'une pompe ou d'un rouleau, délivreur, étireur ou de bobinage, la vitesse linéaire de la paroi extérieure de la pompe ou du rouleau en contact avec le fil pendant le déplacement de ce dernier.
- [0056] Selon une cinquième étape, étape E) du procédé selon l'invention, le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape D) est soumis à un étirage à chaud. La température de l'étirage à chaud est strictement supérieure à la température de transition vitreuse des blocs polyamide du copolymère et peut aller d'environ 50°C à environ 125°C, de préférence allant d'environ 90°C à environ 120°C. Par exemple, cette température peut être d'environ 115°C. Pour ce faire, le fil est amené à traverser ou contacter un moyen de chauffage porté à la température souhaitée. Par exemple, le moyen de chauffage peut être un four porté à la température souhaitée. Alternativement ou en combinaison, le moyen de chauffage peut comprendre un ou plusieurs rouleaux étireurs portés à la température souhaitée. L'étirage à chaud permet de réduire l'épaisseur du fil, autrement dit d'augmenter sa finesse.
- [0057] Dans une forme de réalisation, le fil est étiré à l'étape E) en passant sur un premier rouleau étireur présentant une vitesse linéaire d'étireur V2, V2 étant choisie de telle sorte que le taux D2 de l'étirage à chaud est inférieur ou égal à 8, où $D2 = V2/V1$. Lorsque le moyen de chauffage est un four que traverse le fil, le four peut ainsi être

situé entre le rouleau délivreur et le premier rouleau étireur. Alternativement, le premier rouleau étireur peut être un rouleau chauffable porté à la température souhaitée. Un tel taux d'étirage à chaud permet de conférer au fil une finesse significative tout en conservant une élasticité intéressante.

- [0058] Selon une sixième étape, étape F) du procédé selon l'invention, le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape E) est soumis à un étirage à froid. La température de cet étirage à froid peut aller d'environ 20°C à environ 25°C. Ce deuxième étirage à froid permet de conférer au fil une élasticité additionnelle.
- [0059] Dans une forme de réalisation, le fil est étiré à l'étape F) en passant sur un deuxième rouleau étireur présentant une vitesse linéaire d'étireur V_3 , V_3 étant choisie de telle sorte que le taux D_3 de l'étirage à froid est supérieur ou égal à 1, où $D_3 = V_3/V_2$. Un tel taux d'étirage à cette étape permet d'obtenir un fil présentant une très bonne élasticité.
- [0060] Dans une forme de réalisation, $D_1 = 5,07$. Dans une forme de réalisation, $D_1 = 5,07$ et $D_2 = 4$. Dans une forme de réalisation, $D_1 = 5,07$, $D_2 = 4$ et $D_3 = 1$. Le fil obtenu présente une très bonne élasticité tout en ayant une bonne finesse.
- [0061] Dans une forme de réalisation, le deuxième rouleau étireur est un rouleau de bobinage. Le fil est ainsi enroulé sur ce rouleau et peut être stocké.
- [0062] Dans une forme de réalisation, le fil stocké peut être ultérieurement soumis à un nouvel étirage, aussi appelé post-étirage, en vue d'améliorer son retour élastique.
- [0063] Dans une forme de réalisation, le procédé selon l'invention comprend en outre l'étape G) suivante :
- [0064] - G) le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape F) est soumis à un post-étirage à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.
- [0065] Lors de l'étape G), le fil peut être post-étiré en passant sur un premier rouleau post-étireur présentant une vitesse linéaire V_4 puis sur un deuxième rouleau post-étireur présentant une vitesse linéaire V_5 , V_4 et V_5 étant choisies de telle sorte que le taux D_4 de post-étirage est supérieur ou égal à 1,65, où $D_4 = V_5/V_4$.
- [0066] Le procédé peut en outre comprendre l'étape H) suivante :
- [0067] - H) le fil du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape G) est soumis à une relaxation à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.

- [0068] Lors de l'étape H), le fil peut être relaxé en passant sur un rouleau de bobinage présentant une vitesse linéaire V_6 choisie de telle sorte que V_6/V_4 va de 1 à 1,50, de préférence de 1 à 1,25, de manière encore préférée de 1,00 à 1,05.
- [0069] L'installation selon l'invention peut ainsi comprendre en outre :
- au moins un premier rouleau post-étireur disposé en aval du rouleau de bobinage,
 - au moins un deuxième rouleau post-étireur disposé en aval du premier rouleau post-étireur.
- [0070] Dans une forme de réalisation, le fil est thermofixé à l'issue de l'étape F) ou postérieurement à un post-étirage, notamment selon l'étape G) décrite ci-dessus, ou encore postérieurement à une relaxation, notamment selon l'étape H) décrite ci-dessus. La thermofixation permet que le fil conserve ses propriétés élastiques et mécaniques sur le long terme, par exemple pendant un an. La thermofixation peut par exemple être effectuée à une température strictement supérieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 70°C à environ 90°C, de préférence à environ 80°C.
- [0071] D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront encore plus clairement à la lecture de l'exemple qui suit et des dessins annexés dans lesquels :
- [Fig.1] est un schéma représentant une première forme de réalisation d'une installation permettant de mettre en œuvre le procédé selon l'invention,
 - [Fig.2] est un graphe montrant les résultats d'essais de retour élastique et de déformation permanente pour des fils réalisés selon le procédé selon l'invention,
 - [Fig.3a], [Fig.3b], [Fig.3c] et [Fig.3d] sont des graphes montrant les courbes de la force de traction en fonction de l'élongation des fils de l'Exemple 1,
 - [Fig.4a], [Fig.4b], [Fig.4c] et [Fig.4d] sont des graphes montrant les courbes d'hysteresis obtenues pour les fils de l'Exemple 1,
 - [Fig.5] est un schéma représentant une deuxième forme de réalisation d'une installation permettant de mettre en œuvre le procédé selon l'invention,
 - [Fig.6] est un graphe montrant la courbe de la force de traction en fonction de l'élongation pour le fil de l'Exemple 2,
 - [Fig.7] est un graphe montrant la courbe d'hysteresis obtenue pour le fil de l'Exemple 2,
 - [Fig.8] est un schéma représentant une installation permettant de mettre en œuvre les étapes de post-étirage et de relaxation,
 - [Fig.9a] et [Fig.9b] sont des graphes montrant les courbes de la force de traction en fonction de l'élongation des fils de l'Exemple 3.
- [0072] En référence à la [Fig.1] est montrée une première forme de réalisation d'une ins-

tallation 100 permettant de mettre en œuvre le procédé selon l'invention. L'installation 100 comprend une machine de filage 1 comprenant une extrudeuse 2 et un pack de filage 3. L'installation 100 comprend également un réservoir 4 rempli d'eau 5, une paire 6 de rouleaux délivreurs 6a, une paire 7 de rouleaux étireurs 7a et un rouleau de bobinage 8. L'installation 100 comprend enfin un four 9 situé entre les rouleaux délivreurs 6 et les rouleaux étireurs 7a.

[0073] Les étapes du procédé selon l'invention vont maintenant être décrites en référence à la [Fig.1].

[0074] On dispose de granulés 10 d'un copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther vendu sous la dénomination commerciale « PEBAX RNEW 35R53 SP 01 » par la société Arkema. Les blocs polyamide de ce copolymère sont des blocs PA 11, les blocs polyéther étant des blocs issus du polytétraméthylèneglycol.

[0075] Ce copolymère élastomère présente les caractéristiques suivantes :

[0076] - une densité de 1020 Kg/m³, mesurée selon la norme ISO 1183,

[0077] - une dureté de 25 shore D, à 15 secondes, mesurée selon la norme ISO 7619-1,

[0078] - un point de fusion de 135°C, mesuré selon la norme ISO 11357-1/-3,

[0079] - une teneur en polyamide PA 11, qui est un polyamide biosourcé, de 29%, mesuré selon la norme ASTM D6866.

[0080] Préalablement à leur introduction dans l'extrudeuse, les granulés 10 sont de préférence séchés afin de ramener la teneur en humidité du polymère à un taux inférieur à 200 ppm. Les tests de caractérisation de la teneur en humidité peuvent par exemple être effectués à l'aide de la méthode de titrage Karl-Fischer. Par exemple, les granulés 10 peuvent être séchés dans un four à 80°C pendant une nuit et sous vide.

[0081] Les granulés 10 sont ensuite introduits dans l'extrudeuse 2 au moyen d'une trémie d'alimentation 11 au niveau d'une entrée 2a de l'extrudeuse 2. L'extrudeuse 2 comprend un corps 12 formé d'un cylindre dans lequel tourne une vis sans fin (non représentée). L'extrudeuse 2 comprend au sein du corps 12 des zones de chauffage 14, la température de ces zones de chauffage 14 augmentant de l'entrée 2a de l'extrudeuse 2 vers une sortie 2b de l'extrudeuse 2. Par exemple, la température des zones de chauffage 14 peut varier de 195°C au voisinage de l'entrée 2a de l'extrudeuse à 205°C au voisinage de la sortie 2b de l'extrudeuse 2. Au sein de l'extrudeuse 2, les granulés 10 sont malaxés et fondus. En sortie 2b de l'extrudeuse 2, on obtient un élastomère fondu, qui est transporté jusqu'au pack de filage 3 au moyen d'une ligne de transport formée d'un tuyau métallique 16 isolé thermiquement. La température au sein de la ligne de transport est voisine de celle de la température de sortie de l'extrudeuse 2, soit par exemple 205°C.

[0082] Le pack de filage 3 comprend une pompe doseuse 17, un filtre 18 et une filière 19. La pompe doseuse 17 contrôle le flux de l'élastomère fondu vers la filière 19. Dans

l'exemple représenté, la pompe doseuse 17 tourne à une vitesse linéaire de 7,5 m/min. Le filtre 18 est disposé entre la pompe doseuse 17 et la filière 19 et sert à éliminer les impuretés potentiellement présentes dans l'élastomère fondu. Dans l'exemple représenté, le filtre 18 présente une pression de 40 bar.

- [0083] Après avoir traversé le filtre 18, l'élastomère fondu est injecté dans la filière 19 à la température de la pompe de filage 3 qui est d'environ 210°C. Dans l'exemple représenté, la taille du trou de la filière 19 est de 0,73 mm et le ratio de la longueur (L) du trou de filière 19 sur son diamètre (D) est de 1/4 (ratio L/D). A la sortie de la filière 19 est ainsi établi un fil 20. Le fil 20 sort de la filière 19 à une vitesse linéaire V_P correspondant à la vitesse linéaire de la pompe doseuse 17. Dans le présent exemple, la filière 19 ne présentant qu'un seul trou, le fil 20 est sous la forme d'un monofilament.
- [0084] Comme il apparaît sur la [Fig.1], une fois sorti de la filière 19, le fil 20 est amené à traverser le réservoir 4 rempli d'eau 5. L'eau 5 est à température ambiante, autrement dit à une température allant d'environ 20°C à environ 25°C. Le fil 20 est ainsi refroidi par trempe à l'eau.
- [0085] Le refroidissement du fil 20 permet à ce dernier de se solidifier.
- [0086] Une fois refroidi, le fil 20 est amené à passer sur un rouleau délivreur 6a. Le rouleau délivreur 6a présente une vitesse linéaire V_1 , supérieure à la vitesse linéaire V_P . Ainsi, le fil 20 est soumis, entre la sortie de la filière 19 et le rouleau délivreur 6a, à un étirage préliminaire, dont le taux est égal à $D1 = V_1/V_P$. Cet étirage préliminaire a lieu à froid, et en particulier à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse des blocs polyamide du copolymère, par exemple à une température allant d'environ 20°C à environ 25°C. Un tel étirage préliminaire à froid permet de conférer au fil 20 une première élasticité.
- [0087] Le fil 20 est ensuite amené à traverser le four 9 puis, en sortie du four 9, à passer sur un rouleau étireur 7a. Dans l'exemple représenté, la température à laquelle le fil 20 est soumis à l'intérieur du four 9 est d'environ 115°C. Dans d'autres formes de réalisation non représentées, la température du four pourrait aller de 50°C à 120°C.
- [0088] Le rouleau étireur 7a présente une vitesse linéaire V_2 , supérieure à la vitesse linéaire V_1 . Ainsi, le fil 20 est soumis, entre le rouleau délivreur 6a et le rouleau étireur 7a, à un étirage à chaud, dont le taux est égal à $D2 = V_2/V_1$. Cet étirage à chaud permet de réduire l'épaisseur du fil 20, ou encore de lui conférer une certaine finesse.
- [0089] Le fil 20 est ensuite amené à passer sur le rouleau de bobinage 8. Dans l'exemple représenté, la vitesse linéaire V_3 du rouleau de bobinage est de 150 m/min. Cette vitesse linéaire est supérieure à la vitesse linéaire V_2 . Ainsi, le fil 20 est soumis, entre le rouleau étireur 7a et le rouleau de bobinage 8, à un étirage dont le taux est égal à $D3 = V_3/V_2$. Cet étirage a lieu en dehors du four 9 à une température ambiante, soit à une température allant d'environ 20°C à environ 25°C. Ce deuxième étirage à froid permet

de conférer au fil 20 une élasticité additionnelle.

[0090] Dans un exemple de réalisation non représentée, le rouleau de bobinage 8 pourrait être un rouleau étireur, le fil continuant son trajet vers un rouleau de bobinage ultérieur.

[0091] En référence à la [Fig.5] est montrée une deuxième forme de réalisation d'une installation 200 permettant de mettre en œuvre le procédé selon l'invention. Sur cette [Fig.5], les références désignant des éléments identiques à ceux de la [Fig.1] ont été conservées.

[0092] L'installation 200 comprend une machine de filage 1 comprenant une extrudeuse 2 et un pack de filage 3. L'installation 200 comprend également une paire 6 de rouleaux délivreurs 6a, deux paires 26 de rouleaux étireurs 26a chauffables, une paire 27 de rouleaux 27a de relaxation et un rouleau de bobinage 8.

[0093] L'extrudeuse 2 comprend une entrée 2a et une sortie 2b, ainsi qu'une trémie d'alimentation 11. L'extrudeuse 2 comprend des zones de chauffage 14, la température de ces zones de chauffage 14 augmentant de l'entrée 2a de l'extrudeuse 2 vers une sortie 2b de l'extrudeuse 2.

[0094] Le copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther est le même que celui décrit pour la [Fig.1], à savoir celui vendu sous la dénomination commerciale « PEBAX RNEW 35R53 SP 01 » par la société Arkema.

[0095] En référence à la [Fig.5], les granulés 10 de copolymère sont préparés comme décrit pour la [Fig.1] et sont introduits dans l'extrudeuse 2 par la trémie d'alimentation 11.

[0096] Au sortir de l'extrudeuse 2, l'élastomère fondu est transporté jusqu'au pack de filage 3 via une ligne de transport 16.

[0097] Le pack de filage 3 comprend une pompe doseuse 17, un filtre 18 et une filière 19. Dans l'installation 200, la pompe doseuse 17 tourne à une vitesse linéaire de 65,4 m/min. La filière 19 comprend 17 trous : chaque trou présente une taille de 0,6 mm et le ratio de la longueur (L) d'un trou de filière 19 sur son diamètre (D) est de 1/4 (ratio L/D). Ainsi, le fil 21 qui sort de la filière 19 est sous la forme d'un fil multifilament. Le fil 21 sort de la filière 19 à une vitesse linéaire VP correspondant à la vitesse linéaire de la pompe doseuse 17.

[0098] Le fil 21 est refroidi au moyen d'une trempe à air sous la forme d'un courant d'air 22, le courant d'air 22 présentant une température inférieure ou égale à 25°C, par exemple une température d'environ 10°C. De préférence, le courant d'air 22 est appliqué sur le fil 21 selon les flèches F représentées sur la [Fig.5] sur une hauteur du fil 21 de plusieurs mètres, par exemple sur une hauteur de 5 m.

[0099] L'installation 200 comprend un dispositif 23 configuré pour appliquer sur le fil 21 une huile d'ensimage. L'installation 200 comprend également un guide 24 adapté pour rassembler les divers filaments du fil 21 issus des trous de la filière 19. L'ensimage du

fil 21 et le guide 24 permettent de maintenir ensemble tous les filaments issus des trous de la filière 19 afin de former un fil 21 multifilament.

- [0100] Le fil 21 est ensuite amené à passer sur un rouleau délivreur 6a, maintenu à température ambiante, autrement dit à une température allant de 20 à 25°C. Le rouleau délivreur 6a présente une vitesse linéaire V1, supérieure à la vitesse linéaire VP. Ainsi, le fil 21 est soumis, entre la sortie de la filière 19 et le rouleau délivreur 6a, à un étirage préliminaire, dont le taux est égal à $D1 = V1/VP$. Cet étirage préliminaire a lieu à froid, et en particulier à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse des blocs polyamide du copolymère, par exemple à une température allant d'environ 20°C à environ 25°C. Un tel étirage préliminaire à froid permet de conférer au fil 21 une première élasticité.
- [0101] Le fil 21 est ensuite amené à passer sur une première paire 25 de rouleaux 25a, qui sont maintenus à température ambiante, autrement dit entre 20 et 25°C. La vitesse linéaire des rouleaux 25a est identique à celle du rouleau délivreur 6a.
- [0102] Le fil 21 est ensuite amené à passer sur deux paires 26 de rouleaux étireurs 26a chauffables. Les rouleaux 26a présentent une température de 50°C et une vitesse linéaire V2 égale à V1. Ainsi, le fil 21 est soumis, entre le rouleau délivreur 6a et les rouleaux étireurs 26a, à un étirage à chaud, dont le taux est égal à $D2 = V2/V1$. Cet étirage à chaud permet de réduire l'épaisseur du fil 21, ou encore de lui conférer une certaine finesse.
- [0103] Le fil 21 est ensuite amené à passer sur une deuxième paire 28 de rouleaux 28a, qui sont maintenus à température ambiante, autrement dit entre 20 et 25°C. La vitesse linéaire V3 des rouleaux 28a est supérieure à la vitesse linéaire V2. Ainsi, le fil 21 est soumis, entre les rouleaux étireurs 26a et le rouleau 28a, à un étirage dont le taux est égal à $D3 = V3/V2$. Cet étirage a lieu à une température ambiante, soit à une température allant d'environ 20°C à environ 25°C. Ce deuxième étirage à froid permet de conférer au fil 21 une élasticité additionnelle.
- [0104] Le fil 21 est ensuite amené à passer sur une paire 27 de rouleaux 27a de relaxation. Les rouleaux 27a sont maintenus à température ambiante, autrement dit entre 20 et 25°C et leur vitesse linéaire est identique à celle des rouleaux 28a.
- [0105] Le fil 21 est ensuite amené à passer sur le rouleau de bobinage 8. Le rouleau de bobinage 8 est maintenu à température ambiante, autrement dit entre 20°C et 25°C. Sa vitesse linéaire peut être légèrement inférieure à V3.
- [0106] En référence à la [Fig.8], est montrée une partie d'installation 300 permettant de mettre en œuvre une étape de post-étirage et une étape de relaxation, ces étapes étant postérieures aux étapes d'extrusion, d'étirage préliminaire, d'étirage à chaud et d'étirage à froid décrites aux Figures 1 et 5 pour les fils (20, 21). Le fil 22 soumis aux étapes de post-étirage et de relaxation décrites à la [Fig.8] peut être un fil mono-

filament comme le fil 20 obtenu selon le procédé décrit à la [Fig.1] ou un fil multi-filament comme le fil 21 obtenu selon le procédé décrit à la [Fig.5]. Le fil 22 est embobiné et stocké sur le rouleau de bobinage 8.

- [0107] La partie d'installation 300 comprend une paire 30 de premiers rouleaux post-étireurs 30a, une paire 31 de deuxièmes rouleaux post-étireurs 31a et un rouleau de bobinage final 32. La partie d'installation 300 est maintenue à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse des blocs polyamide du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther formant le fil 22, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.
- [0108] Le fil 22 est amené à passer sur un premier rouleau post-étireur 30a puis sur un deuxième rouleau post-étireur 31a. Le premier rouleau post-étireur 30a présente une vitesse linéaire V_4 et le deuxième rouleau post-étireur 31a présente une vitesse linéaire V_5 . La vitesse linéaire V_5 est supérieure à la vitesse linéaire V_4 . Ainsi, le fil 22 est soumis à un post-étirage dont le taux est égal à $D_4 = V_5/V_4$. Un tel post-étirage permet de conférer au fil 22 une élasticité additionnelle.
- [0109] Le fil 22 est ensuite amené à sur le rouleau de bobinage final 32. Le rouleau de bobinage final 32 présente une vitesse linéaire V_6 . Cette vitesse linéaire V_6 est de préférence légèrement supérieure à la vitesse linéaire V_4 . Par exemple, le rapport V_6/V_4 va d'environ 1 à 1,50, de préférence de 1 à 1,25, de manière encore préférée de 1,00 à 1,05. Ainsi, le fil 22 est soumis à une étape de relaxation qui ne remet pas en cause l'élasticité additionnelle conférée par le passage du fil 22 sur les rouleaux post-étireurs (30a ; 31a).
- [0110] Les fils (20, 21, 22) élastiques obtenus selon le procédé de l'invention décrit ci-dessus, en particulier aux Figures 1, 5 et 8, peuvent être incorporés dans un textile ou dans un vêtement, comme par exemple des collants de sport, des maillots de bain, etc.... Les fils obtenus selon le procédé de l'invention sont entièrement recyclables. Ainsi, les textiles ou vêtements incorporant ces fils sont également recyclables. Par exemple, les fils obtenus par le procédé selon l'invention, les textiles ou vêtements les incorporant peuvent être broyés pour obtenir des particules. Ces particules peuvent être fondues pour former de nouveaux granulés de copolymères à blocs polyamide et à blocs polyéther. Ces granulés peuvent être introduits à nouveau dans une extrudeuse d'une machine de filage pour former de nouveaux fils. On évite ainsi l'enfouissement et/ou l'incinération des fils élastiques.

EXEMPLES

EXEMPLE 1

- [0111] Plusieurs fils 20 ont été obtenus selon le procédé selon l'invention décrit ci-dessus en

référence à la [Fig.1], en faisant varier certains paramètres du procédé.

– a) Essais réalisés :

[0112] Plusieurs essais ont été réalisés mettant en œuvre le procédé décrit en référence à la [Fig.1], dans lesquels on a fait varier les paramètres suivants :

- La vitesse linéaire V1 du rouleau délivreur 6a,
- La vitesse linéaire V2 du rouleau délivreur 7a,
- Le taux d'étirage D1,
- Le taux d'étirage D2,
- Le taux d'étirage D3.

[0113] Les paramètres fixes étaient les suivants :

- La vitesse linéaire VP était de 7,4 m/min,
- La vitesse linéaire V3 était de 150 m/min,
- Le taux d'étirage total TD, autrement dit $TD = D1 \times D2 \times D3$, était de 20,3.

[0114] Les essais listés dans le Tableau 1 ci-dessous ont ainsi été réalisés :

[0115] [Tableaux1]

Essai	V1 (m/min)	D1	V2 (m/min)	D2	D3
Essai 1	37,5	5,07	150	4	1
Essai 2	25	3,37	150	6	1
Essai 3	18,75	2,53	150	8	1
Essai 4	19	2,57	99	5,21	1,51

[0116] Tableau 1 : variations des paramètres V1, V2, D1, D2 et D3

– b) Evaluation des propriétés mécaniques :

[0117] Pour chaque Essai 1-4, on a mesuré les propriétés mécaniques suivantes du fil obtenu après bobinage sur le rouleau de bobinage 8 :

- la finesse moyenne du fil : la finesse du fil s'exprime en denier. Elle est représentative de la taille (diamètre) du fil. La finesse a été mesurée conformément à la méthode décrite dans la norme DIN EN ISO 13392 ;
- la ténacité moyenne du fil : la ténacité s'exprime en cN/tex. Elle est représentative de la résistance du fil à la traction. Elle a été mesurée conformément à la méthode décrite dans la norme DIN EN ISO 13895 ;
- l'élongation moyenne à la rupture : l'élongation moyenne à la rupture s'exprime en pourcentage (%). Elle est représentative de l'élasticité du fil. Plus l'élongation moyenne à la rupture du fil est élevée, plus le fil est élastique. L'élongation moyenne à la rupture a été mesurée conformément à la méthode décrite dans la norme DIN ISO 13895.

[0118] Tous les tests ont été réalisés sous conditions d'ambiance normalisées par la norme

DIN EN ISO 139 (l'humidité relative (HR) étant de $65\% \pm 2\%$, la température étant de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$).

[0119] [Fig.3a], [Fig.3b], [Fig.3c] et [Fig.3d] sont des graphes montrant les courbes de la force de traction en fonction de l'élongation respectivement pour les fils des Essai 1, 2, 3 et 4.

[0120] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 2 ci-dessous :

[0121] [Tableaux2]

Essai	Finesse moyenne (denier)	Ténacité moyenne (cN/tex)	Ecart type (cN/tex)	Elongation moyenne à la rupture (%)	Ecart type (%)
Essai 1	108	15,2	0,74	233,3	16,6
Essai 2	108	20,2	0,42	164,5	22,6
Essai 3	105	25,6	2,3	106	16,1
Essai 4	108	22,9	1,95	180	27,5

[0122] Tableau 2 : propriétés mécaniques

[0123] Ces résultats montrent que le procédé selon l'invention permet de réaliser un fil à base d'un copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther recyclable présentant une élongation moyenne à la rupture supérieure à 200%, en particulier de 233,3%. Ainsi, le fil de l'Essai 1 est capable d'être étiré sur une longueur représentant 233,3% de sa longueur initiale sans casser. On obtient ainsi un fil présentant une très bonne élasticité, utilisable dans des textiles élastiques tels que des collants de sport, des maillots de bain, etc...

[0124] Par ailleurs, compte tenu de sa nature chimique à base de polyamide et de polyéther, un tel fil élastique peut être associé avec d'autres fils non élastiques, à base de polyamide (par exemple polyamide PA 6 ou PA66) ou de polyester, pour fabriquer des textiles élastiques. Le textile élastique ainsi obtenu est totalement recyclable. Il n'est ainsi pas nécessaire d'incinérer les textiles élastiques ainsi obtenus ou de les enfouir.

[0125] Les résultats du Tableau 2 ci-dessus montrent également qu'à la même finesse, plus le taux d'étirage préliminaire à froid (D1) est élevé, plus le fil est élastique : ainsi, l'Essai 1, pour lequel le taux d'étirage à froid D1 est de 5,07 présente une élongation moyenne à la rupture particulièrement élevée (233,3%), alors que l'Essai 3, dont le taux d'étirage préliminaire à froid est de 2,53, présente une élongation moyenne à la rupture moindre (106%).

[0126] Il est ainsi préféré que le taux d'étirage préliminaire à froid D1 soit supérieur ou égal à 2,53.

- [0127] Les résultats du Tableau 2 ci-dessus montrent également qu'à la même finesse et au même taux d'étirage préliminaire à froid, plus le taux d'étirage à froid (D3) après passage dans le four augmente, plus le fil est élastique : ainsi, l'Essai 4, pour lequel le taux d'étirage à froid (D3) après passage dans le four est de 1,51, présente une élongation moyenne à la rupture particulièrement élevée (180%), alors que l'Essai 3, dont le taux d'étirage à froid (D3) après passage dans le four est de 1, présente une élongation moyenne à la rupture moindre (106%).
- [0128] Il est ainsi préféré que le taux d'étirage à froid (D3) après passage dans le four soit supérieur ou égal à 1.
- [0129] Dans tous les cas, on constate également que plus le taux d'étirage à chaud (D2) diminue, plus le fil est élastique. Ainsi, il est préféré que le taux d'étirage à chaud (D2) soit inférieur ou égal à 8.
- c) Evaluation des propriétés viscoélastiques :
- [0130] Pour chaque Essai 1-4, on a mesuré les propriétés viscoélastiques suivantes du fil obtenu après bobinage sur le rouleau de bobinage 8 :
- Le retour élastique : le retour élastique s'exprime en pourcentage (%). Il est représentatif du pouvoir de récupération du fil élastique lorsque les contraintes appliquées pour le déformer sont levées. On cherche à obtenir un retour élastique le plus élevé possible. Le retour élastique a été mesuré conformément à la méthode décrite dans la norme DIN 53835-2 ;
- La déformation permanente : la déformation permanente ou irréversible s'exprime en pourcentage (%). Elle est représentative de la perte permanente d'élasticité du fil après plusieurs étirements successifs. On cherche à obtenir la déformation permanente la plus faible possible. La déformation permanente a été mesurée conformément à la méthode décrite dans la norme DIN 53835-2.
- [0131] Tous les tests ont été réalisés sous conditions d'ambiance normalisées par la norme DIN EN ISO 139 (l'humidité relative (HR) étant de $65\% \pm 2\%$, la température étant de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$).
- [0132] [Fig.4a], [Fig.4b], [Fig.4c] et [Fig.4d] sont des graphes montrant les courbes d'hysteresis obtenues respectivement pour les fils des Essais 1, 2, 3 et 4. A partir de ces courbes, il est possible de calculer le retour élastique et la déformation permanente des fils des Essais 1-4.
- [0133] Les résultats sont représentés sur le graphe montré à la [Fig.2].
- [0134] Il ressort de ce graphe que le procédé selon l'invention permet de réaliser un fil, par exemple un fil monofilament, à base d'un copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther recyclable présentant des propriétés viscoélastiques remarquables. Ainsi, l'Essai 1 possède un retour élastique de 96,6% et une déformation permanente de

seulement 2,5%. Le procédé selon l'invention permet ainsi de réaliser des fils élastiques recyclables présentant des propriétés élastiques comparables aux fils élastiques existants qui ne sont pas recyclables.

EXEMPLE 2

[0135] Un fil 21 a été obtenu selon le procédé selon l'invention décrit à la [Fig.5].

[0136] Les valeurs des paramètres étaient les suivants :

- La vitesse linéaire VP était de 65,4 m/min
- La vitesse linéaire V1 du rouleau délivreur 6a était de 1333 m/min
- La vitesse linéaire V2 des rouleaux étireurs 26a chauffés à 50°C était de 1333 m/min
- La vitesse linéaire V3 du rouleau 28a à température ambiante était de 2000 m/min
- La vitesse linéaire du rouleau de bobinage est de 1950 m/min
- Le taux d'étirage D1 était de : $D1 = VP/V1 = 20,4$
- Le taux d'étirage D2 était de : $D2 = V2/V1 = 1$
- Le taux d'étirage D3 était de : $D3 = V3/V2 = 1,5$

[0137] Le fil 21 présente une densité linéaire de 193 dtex (174 D) avec 34 filaments.

[0138] Les propriétés mécaniques du fil 21 ont été mesurées selon les méthodes décrites à l'Exemple 1.

[0139] [Fig.6] est un graphe montrant la courbe de la force de traction en fonction de l'élongation pour le fil 21.

[0140] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 3 suivant :

[0141] [Tableaux3]

Essai	Ténacité moyenne (cN/tex)	Ecart type (cN/tex)	Elongation moyenne à la rupture (%)	Ecart type (%)
Fil 21	1,85	0,06	131	13

[0142] Tableau 3 : propriétés mécaniques

[0143] Les propriétés viscoélastiques du fil 21 ont été mesurées selon les méthodes décrites à l'Exemple 1.

[0144] [Fig.7] est un graphe montrant la courbe d'hysteresis obtenue pour le fil 21.

[0145] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 4 suivant :

[0146] [Tableaux4]

Essai	Déformation permanente (%)	Retour élastique (%)
Fil 21	6	94

[0147] Tableau 4 : propriétés viscoélastiques

[0148] Il ressort de cet exemple que le procédé selon l'invention permet de réaliser un fil, par exemple un fil multifilament, à base d'un copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther recyclable présentant des propriétés viscoélastiques remarquables. Le procédé selon l'invention permet ainsi de réaliser des fils élastiques recyclables présentant des propriétés élastiques comparables aux fils élastiques existants qui ne sont pas recyclables.

EXEMPLE 3

[0149] Un fil multifilament 21 obtenu selon le procédé décrit à la [Fig.5] a été soumis à une étape de post-étirage puis une étape de relaxation telles que décrites à la [Fig.8], avec les paramètres suivants :

[0150] - Finesse moyenne initiale du fil multifilament en denier, sur le rouleau de bobinage 8 : 202

[0151] - Vitesse linéaire V4 du premier rouleau post-étireur 30a : 103 m/min

[0152] - Vitesse linéaire V5 du deuxième rouleau post-étireur 31a : 107 m/min

[0153] - taux D4 de post-étirage : $D4 = V5/V4 = 1,65$

[0154] - Vitesse linéaire V6 du rouleau de bobinage final 32 : 107 m/min

[0155] - taux D5 de relaxation : $D5 = V6/V5 = 0,63$

[0156] Le taux de post-étirage global sur les deux étapes était donc de : $D4 \times D5 = 1,04$.

[0157] La finesse moyenne finale du fil après les étapes de post-étirage et de relaxation, sur le rouleau de bobinage final 32, était de, en denier : 194.

[0158] [Fig.9a] est un graphe montrant la courbe de la force de traction en fonction de l'élongation pour le fil multifilament 21 avant les étapes de post-étirage et de relaxation.

[0159] [Fig.9b] est un graphe montrant la courbe de la force de traction en fonction de l'élongation pour le fil multifilament 21 après les étapes de post-étirage et de relaxation.

[0160] Les normes utilisées pour réaliser ces tests sont les mêmes que celles des exemples précédents.

[0161] Sur ces courbes :

[0162] - la partie référencée A correspond à la partie initiale élastique,

[0163] - la partie référencée B correspond à la partie rigide,

[0164] - la partie référencée C correspond à la partie viscoélastique.

[0165] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 5 suivant :

[0166] [Tableaux5]

Fil 21	Sur le rouleau de bobinage 8	Sur le rouleau de bobinage 32
Elongation moyenne à la rupture (%) de la partie A	40	60
Elongation moyenne à la rupture (%) de la partie B	60	100
Elongation moyenne à la rupture (%) de la partie C	200	190

[0167] Ces résultats montrent que le fil présente des propriétés élastiques supérieures après avoir subi un post-étirage et une relaxation.

[0168] EXEMPLE 4 :

[0169] Un textile comprenant des fils élastiques (20, 21, 22) selon l'invention obtenus selon les procédés décrits aux Figures 1, 5 et 8 et des fils en polyamide 6 (PA 6) a été recyclé comme décrit ci-après.

[0170] 1°) Préparation des particules et des mélanges des particules :

[0171] Les fils élastiques et les fils en polyamide 6 ont été broyés afin d'obtenir des particules.

[0172] On appelle ci-après :

[0173] Particules 1 : les particules de fils en polyamide 6,

[0174] Particules 2 : les particules de fils élastiques.

[0175] Les trois mélanges suivants ont été réalisés :

[0176] Mélange 1 : ce mélange comprenait, en masse par rapport à la masse du mélange :

[0177] - 90% de Particules 1, et

[0178] - 10% de Particules 2.

[0179] Mélange 2 : ce mélange comprenait, en masse par rapport à la masse du mélange :

[0180] - 80% de Particules 1, et

[0181] - 20% de Particules 2.

[0182] Mélange 3 : ce mélange comprenait, en masse par rapport à la masse du mélange :

[0183] - 70% de Particules 1,

[0184] - 30% de Particules 2.

[0185] Ces mélanges ont été extrudés à l'aide d'une extrudeuse à vis à six zones. Les paramètres d'extrusion utilisés sont rassemblés dans le Tableau 6 ci-dessous :

[0186] [Tableaux6]

Paramètre		Mélange 1	Mélange 2	Mélange 3
Pression de l'extrudeuse (bar)		8,5	8,5	13
Température de l'extrudeuse (°C)	Zone 1	235	235	235
	Zone 2	240	240	240
	Zone 3	245	245	245
	Zone 4	245	245	245
	Zone 5	245	245	245
	Zone 6	250	250	250
Vitesse de l'unité de dosage de l'alimentation (rpm)		15	15	15
Vitesse de la vis de l'extrudeuse (rpm)		50	50	50

[0187] En sortie d'extrudeuse, les mélanges fondus sont soumis à une granulation. On appelle ci-après :

[0188] Granulés 1 : les granulés issus de l'extrusion du Mélange 1

[0189] Granulés 2 : les granulés issus de l'extrusion du Mélange 2

[0190] Granulés 3 : les granulés issus de l'extrusion du Mélange 3

[0191] 2°) Caractérisation

[0192] Les Particules 1, les Particules 2, et les Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3 ont été caractérisés à l'aide des tests suivants :

[0193] Calorimétrie différentielle à balayage DSC ((Differential Scanning Calorimetry)

[0194] Analyse gravimétrique thermique TGA (Thermal Gravimetric Analysis)

[0195] Mesure de l'indice de viscosité

[0196] a°) Calorimétrie différentielle à balayage DSC

[0197] Ce test permet de vérifier si le granulé fera une phase ou deux phases. Le test a été réalisé selon le programme suivant :

[0198] Premier cycle DSC : de - 70°C à + 350°C ou moins si la dégradation thermique débute avant, pas de temps de maintien,

[0199] Deuxième cycle DSC : de + 350°C à - 70°C, pas de temps de maintien,

[0200] Troisième cycle DSC : de - 70°C à + 350°C ou moins si la dégradation thermique débute avant,

[0201] Refroidissement final

[0202] La mesure a été faite après le premier cycle pour les Particules 1 et pour les Particules 2.

[0203] La mesure a été faite après le deuxième cycle pour les Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3. La température de transition vitreuse est déterminée à partir du deuxième cycle. Le point de fusion est déterminé à partir du premier cycle. La température de cristallisation est déterminée à partir du premier cycle de refroidissement.

[0204] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 7 suivant :

[0205] [Tableaux7]

	Particules 1	Particules 2	Granulés 1	Granulés 2	Granulés 3
Température de transition vitreuse (°C)	54,98	-	53,6	53,3	52,0
Point de fusion (%)	222,65	128,7	221,7	221,3	221,0
Température de cristallisation (%)	182,9	92,1	186,7	184,4	185,9
Enthalpie de cristallisation $\Delta H_{\text{Recrist}}$ (J/g)	69,4	15,2	58,9	57,1	49,4

[0206] Ces résultats montrent que les Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3 sont des mélanges homogènes.

[0207] b°) Analyse gravimétrique thermique

[0208] Ce test permet de vérifier le début de la dégradation thermique pour chaque particule/granulé. Le test a été réalisé selon le programme suivant :

[0209] Condition azote

[0210] Chauffage jusqu'à 600°C

[0211] Vitesse de chauffage toujours à 10°C/min

[0212] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 8 suivant :

[0213] [Tableaux8]

	Particules 1	Particules 2	Granulés 1	Granulés 2	Granulés 3
Température du début de la dégradation thermique (°C)	417,02	393,37	409,52	404,97	397,25
Perte de masse (%)	98,73	99,06	98,56	94,74	98,91
Résidus (%)	1,27	0,94	1,44	5,26	1,09

[0214] Ces résultats montrent que les Particules 1, les Particules 2 et les mélanges extrudés Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3 commencent à se dégrader thermiquement à des températures supérieures à leurs températures de filage respectives. En effet :

[0215] Température de filage pour les Particules 1 : 260°C

[0216] Température de filage pour les Particules 2 : 210°C

[0217] Température de filage pour Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3 : 250°C

[0218] Ces résultats confirment que les conditions pour le filage des mélanges extrudés Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3 sont réunies.

[0219] c°) Mesure de l'indice de viscosité

[0220] Ce test permet de vérifier si la viscosité de chaque mélange extrudé Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3 convient pour un filage par voie fondue ou non. Le test a été réalisé en utilisant de l'acide sulfurique H₂SO₄ (0,5%).

[0221] Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 9 suivant :

[0222] [Tableaux9]

	Particules 1	Particules 2	Granulés 1	Granulés 2	Granulés 3
Indice de viscosité (mg/L)	119	5	107	95	81

[0223] Ces résultats confirment que les mélanges extrudés Granulés 1, Granulés 2 et Granulés 3 présentent une bonne viscosité, adaptée au filage par voie fondue.

[0224] 3°) Fabrication d'un fil recyclé à partir du mélange extrudé Granulés 2

[0225] Le mélange Granulés 2 est mis à sécher à 65°C sous vide pendant une nuit.

[0226] On prépare une machine de filage comprenant une extrudeuse, une pompe doseuse de filage et un pack de filage comprenant une filière. L'extrudeuse est purgée puis le

pack de filage est inséré.

[0227] L'extrudeuse est alimentée en Granulés 2 et l'extrusion est lancée.

[0228] On a pu constater qu'on parvenait à obtenir une extrusion stable puis un filage stable. On a ainsi pu filer un fil multifilament recyclé présentant une finesse d'environ 480 dtex.

[0229] Le fil multifilament recyclé ainsi obtenu peut être utilisé pour fabriquer de nouveaux textiles.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de fabrication d'un fil élastique (20 ; 21) par filage à voie fondue au moyen d'une machine de filage (1) comprenant une extrudeuse (2), une pompe doseuse de filage (17), un pack de filage (3) comprenant au moins une filière (19), un système de refroidissement (4, 5 ; 22), au moins un rouleau délivreur (6a) et au moins un rouleau étireur (7a ; 26a) ledit procédé comprenant au moins les étapes suivantes :

- A) ladite extrudeuse (2) est alimentée en granulés (10) d'un copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther, les blocs polyamide étant choisis parmi le PA 11, PA 12, PA 1010, PA 1014, leur copolymère et leur mélange, les blocs polyéther étant des blocs issus du polytétraméthylèneglycol, la dureté du copolymère mesurée selon la norme 7619-1 étant comprise entre 22 et 61 ShD, afin d'obtenir par extrusion un élastomère fondu du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther,
- B) l'élastomère fondu obtenu à l'étape A) est filé au sein de la filière (19) dudit pack de filage (3) afin d'obtenir un fil (20 ; 21) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther,
- C) le fil (20 ; 21) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'étape B) est soumis à la sortie de la filière (19) à un refroidissement jusqu'à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C,
- D) le fil (20 ; 21) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther est soumis à un étirage préliminaire à la température de l'étape C),
- E) le fil (20 ; 21) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape D) est soumis à un étirage à chaud à une température strictement supérieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 50°C à environ 125°C, de préférence allant d'environ 90°C à environ 120°C,
- F) le fil (20 ; 21) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape E) est soumis à un étirage

à froid à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.

- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, ledit fil (20 ; 21) quittant la filière (19) pack de filage (3) de l'étape B) selon une vitesse linéaire de pompe doseuse de filage VP, le fil (20 ; 21) est étiré à l'étape D) en passant sur un rouleau délivreur (6a) présentant une vitesse linéaire de délivreur V1, V1 étant choisie de telle sorte que le taux D1 de l'étirage préliminaire est supérieur ou égal à 2,53, où $D1 = V1/VP$.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que lors de l'étape E), le fil (20 ; 21) est étiré en passant sur un premier rouleau étireur (7a ; 26a) présentant une vitesse linéaire d'étireur V2, V2 étant choisie de telle sorte que le taux D2 de l'étirage à chaud est inférieur ou égal à 8, où $D2 = V2/V1$.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que lors de l'étape F), le fil (20 ; 21) est étiré en passant sur un deuxième rouleau étireur (8 ; 28a) présentant une vitesse linéaire d'étireur V3, V3 étant choisie de telle sorte que le taux D3 de l'étirage à froid est supérieur ou égal à 1, où $D3 = V3/V2$.
- [Revendication 5] Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le deuxième rouleau étireur est un rouleau de bobinage (8).
- [Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que lors de l'étape C), le fil (20) est refroidi par trempe à l'eau (5).
- [Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que lors de l'étape C), le fil (21) est refroidi par air.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le fil (20) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape F) est thermofixé à une température strictement supérieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 70°C à environ 90°C, de préférence à environ 80°C.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'étape G) suivante :
- G) le fil (20 ; 21) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape F) est soumis à un post-étirage à une température strictement inférieure à la température de transition

vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.

- [Revendication 10] Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que lors de l'étape G), ledit fil (20, 21) est post-étiré en passant sur un premier rouleau post-étireur présentant une vitesse linéaire V4 puis sur un deuxième rouleau post-étireur présentant une vitesse linéaire V5, V4 et V5 étant choisies de telle sorte que le taux D4 de post-étirage est supérieur ou égal à 1,65, où $D4 = V5/V4$.
- [Revendication 11] Procédé selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'étape H) suivante :
- H) le fil (20 ; 21) du copolymère à blocs polyamide et à blocs polyéther obtenu à l'issue de l'étape G) est soumis à une relaxation à une température strictement inférieure à la température de transition vitreuse desdits blocs polyamide, par exemple à une température allant d'environ 10°C à environ 30°C, de préférence allant d'environ 20°C à environ 25°C.
- [Revendication 12] Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que lors de l'étape H), ledit fil (20 ; 21) est relaxé en passant sur un rouleau de bobinage présentant une vitesse linéaire V6 choisie de telle sorte que $V6/V4$ va de 1 à 1,50, de préférence de 1 à 1,25, de manière encore préférée de 1,00 à 1,05.
- [Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 12, caractérisé en ce que $D1 = 5,07$.
- [Revendication 14] Procédé selon les revendications 3 et 13, caractérisé en ce que $D2 = 4$.
- [Revendication 15] Procédé selon les revendications 4 et 14, caractérisé en ce que $D3 = 1$.
- [Revendication 16] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la dureté du copolymère mesurée selon la norme 7619-1 est comprise entre 22 et 55 ShD, de préférence entre 22 et 40 ShD.
- [Revendication 17] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les blocs polyamide sont choisis parmi le PA 11, PA 12, leur copolymère et leur mélange.
- [Revendication 18] Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que les blocs polyamide sont des blocs PA 11.
- [Revendication 19] Fil élastique (20 ; 21) susceptible d'être obtenu par le procédé selon

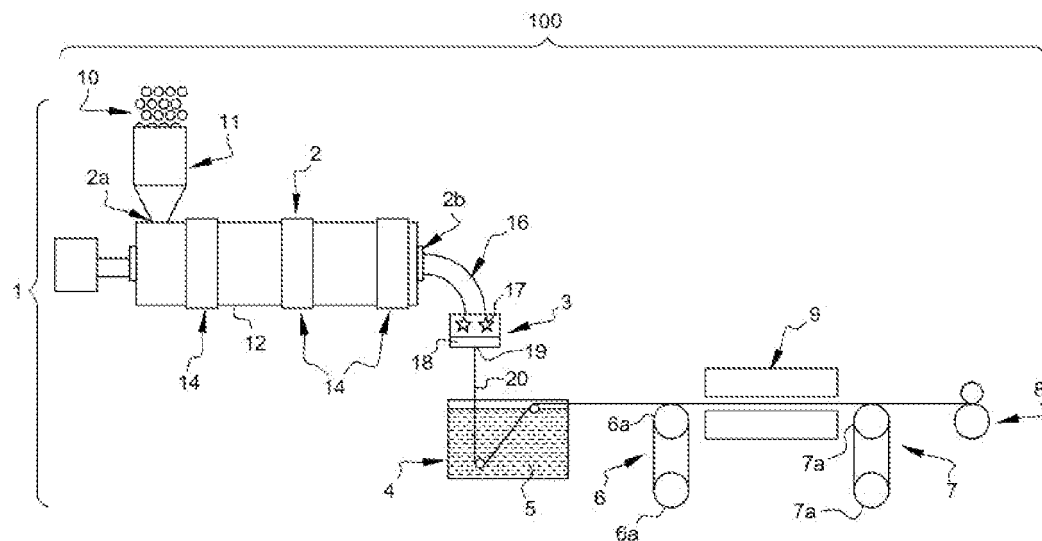
l'une quelconque des revendications 1 à 18, présentant une élongation moyenne à la rupture, mesurée selon la norme DIN ISO 13895, supérieure ou égale à environ 106%, de préférence supérieure ou égale à environ 131%, de préférence supérieure ou égale à 164,5%, de préférence supérieure ou égale à 180%, par exemple d'environ 233,3%, et/ou présentant un retour élastique, mesuré selon la norme DIN 53835-2, supérieur ou égal à environ 86,5%, de préférence supérieur ou égal à 91,8%, de préférence supérieur ou égal à 94%, de préférence supérieur ou égal à 96,3%, par exemple d'environ 96,6%.

- [Revendication 20] Textile comprenant au moins un fil (20 ; 21) susceptible d'être obtenu selon l'une quelconque des revendications 1 à 18 ou un fil selon la revendication 19.
- [Revendication 21] Vêtement comprenant au moins un fil (20 ; 21) susceptible d'être obtenu selon l'une quelconque des revendications 1 à 18 ou un fil selon la revendication 19.
- [Revendication 22] Installation (100 ; 200) configurée pour mettre en œuvre le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, ladite installation comprenant :
- une machine de filage (1) comprenant une extrudeuse (2), une pompe doseuse de filage (17), un pack de filage (3) comprenant au moins une filière (19),
 - un système de refroidissement (4, 5 ; 22) disposé à la sortie de la filière (19),
 - au moins un rouleau délivreur (6a) disposé à la sortie du système de refroidissement (4, 5 ; 22),
 - au moins un premier rouleau étireur (7a ; 26a), disposé en aval du rouleau délivreur (6a),
 - au moins un deuxième rouleau étireur (8 ; 28a), disposé en aval du premier rouleau étireur (7a ; 26a),
 - un moyen de chauffage (9 ; 26) disposé entre le rouleau délivreur (6a) et le premier rouleau étireur (7a ; 26a).
- [Revendication 23] Installation (100) selon la revendication 22, caractérisée en ce que le deuxième rouleau étireur (8) est un rouleau de bobinage.
- [Revendication 24] Installation selon la revendication 23, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre :
- au moins un premier rouleau post-étireur (30a) disposé en aval du rouleau de bobinage (8),

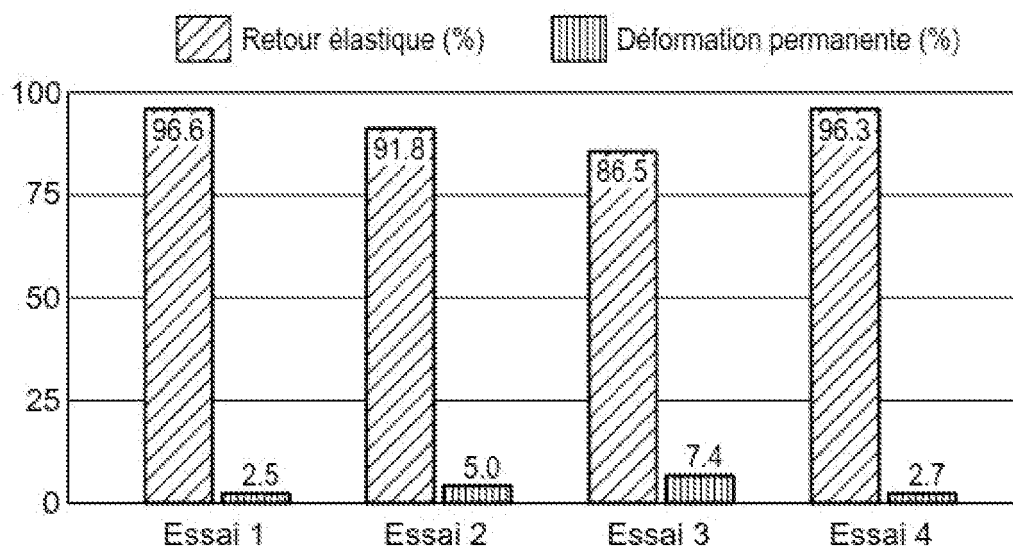
- au moins un deuxième rouleau post-étireur (31a) disposé en aval du premier rouleau post-étireur (30a).

- [Revendication 25] Procédé de recyclage d'un textile comprenant au moins un fil élastique (20 ; 21 ; 22) selon la revendication 19 ou susceptible d'être obtenu selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, et au moins un fil thermoplastique, en polyamide de préférence, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- i) ledit textile est broyé afin d'obtenir des particules,
 - ii) les particules issues de l'étape i) sont ensuite fondues au sein d'une extrudeuse afin d'obtenir des granulés dudit mélange.
- [Revendication 26] Procédé de recyclage selon la revendication 25, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'étape iii) suivante :
- iii) un fil recyclé est filé par extrusion par voie fondue à partir des granulés obtenus à l'étape ii).

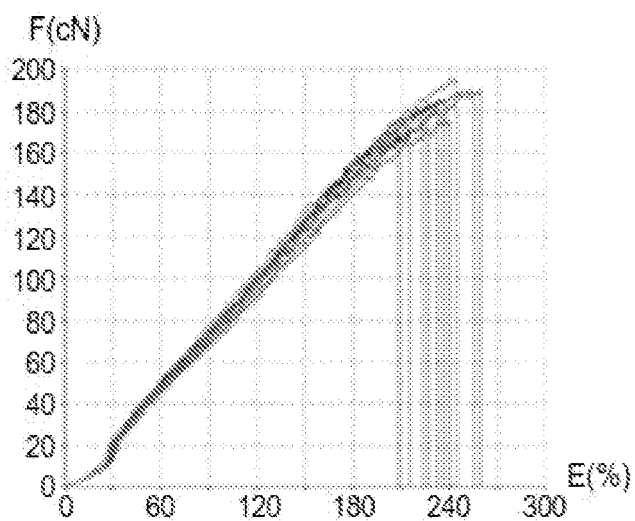
[Fig. 1]



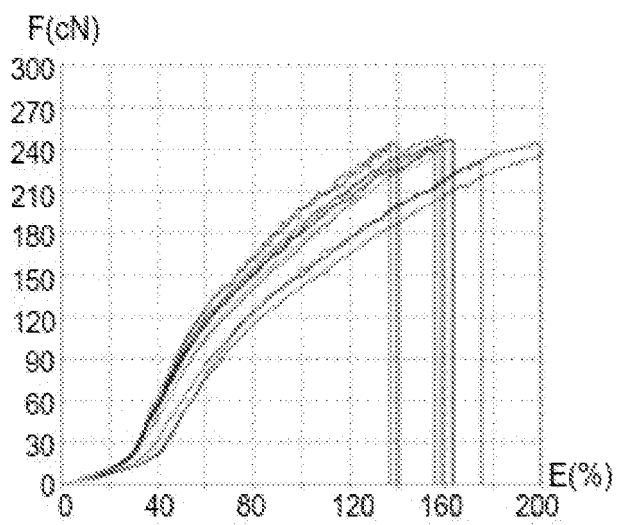
[Fig. 2]



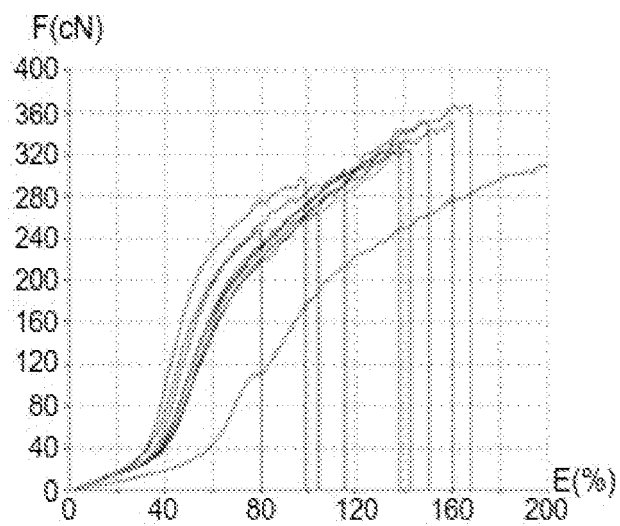
[Fig. 3a]



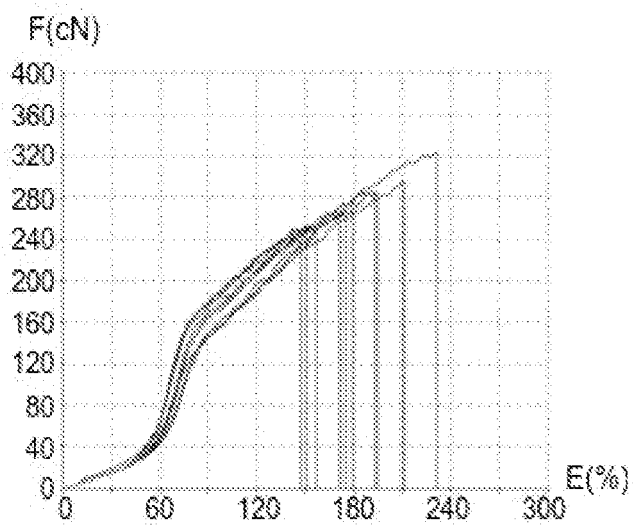
[Fig. 3b]



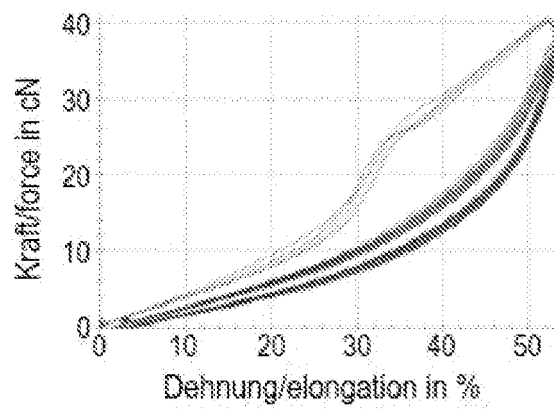
[Fig. 3c]



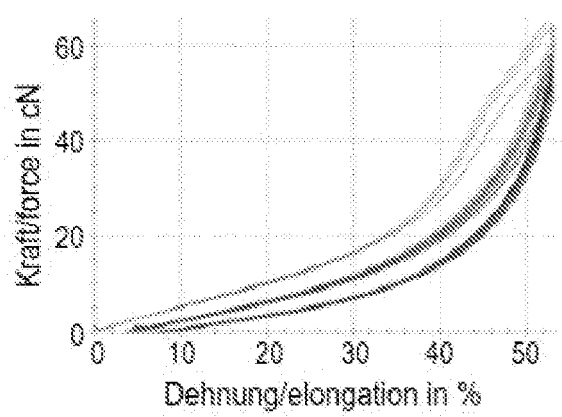
[Fig. 3d]



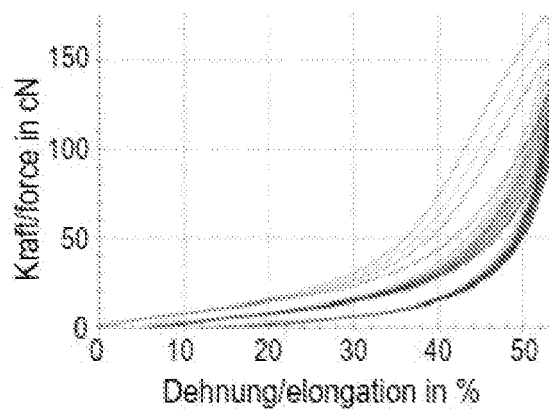
[Fig. 4a]



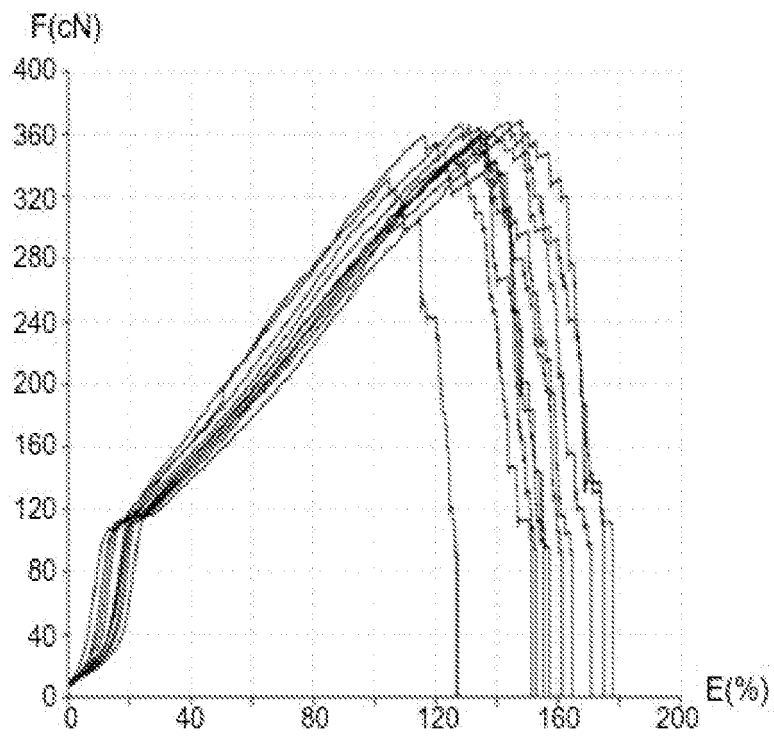
[Fig. 4b]



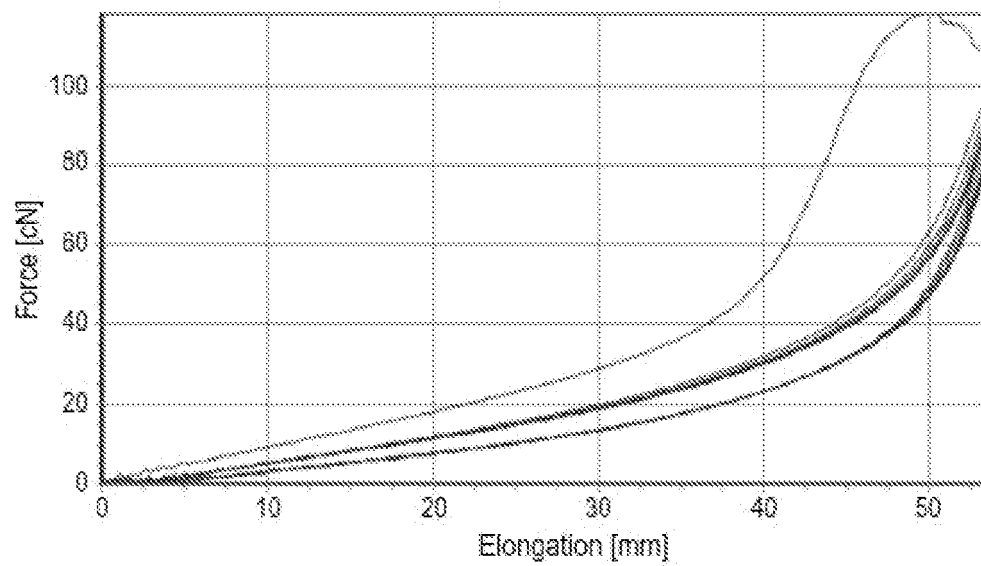
[Fig. 4c]



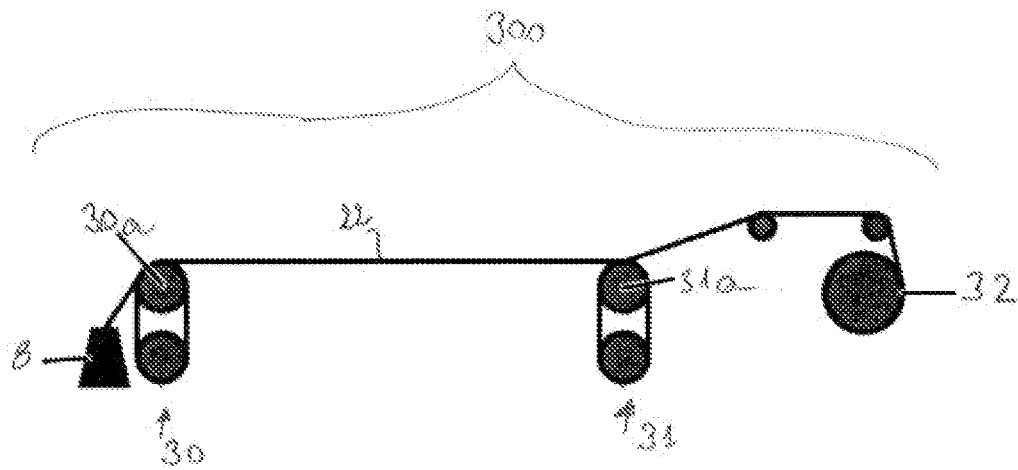
[Fig. 6]



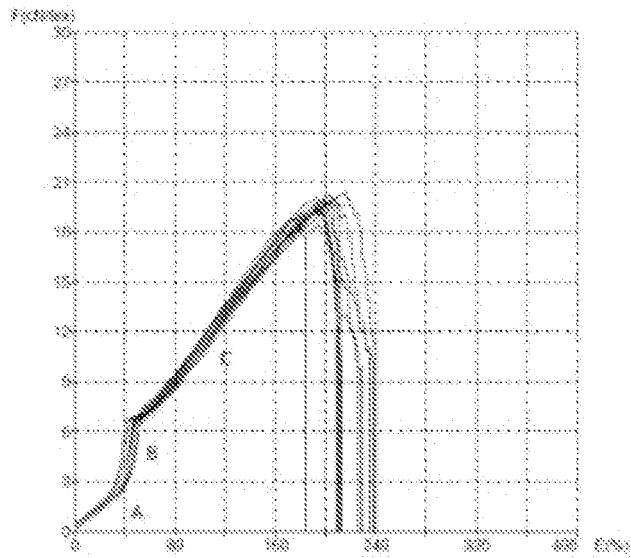
[Fig. 7]



[Fig. 8]



[Fig. 9a]



[Fig. 9b]

