

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 02690

(54)

Procédé de filage.

(51)

Classification internationale. (Int. Cl. 3) D 01 D 5/00, 5/06.

(22)

Date de dépôt 11 février 1981.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : *EUA, 12 février 1980, n. 120.888.*

(41)

Date de la mise à la disposition du
public de la demande

B.O.P.I. — «Listes» n. 33 du 14-8-1981.

(71)

Déposant : Société dite : E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY, résidant aux
Etats-Unis d'Amérique.

(72)

Invention de : Hung Han Yang.

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : Cabinet L. A. de Boisse, 37, av. Franklin-D.-Roosevelt, 75008 Paris.

L'invention concerne un procédé de filage de filaments de polyamide aromatique de grande résistance et à module élevé, ce procédé permettant des vitesses de filage commercialement intéressantes.

5 On connaît, par le brevet des E.U.A. n° 3 767 756, un procédé de préparation de filaments de polyamide aromatique de grande résistance et à module élevé, dans lequel on extrude à travers une filière des solutions de polyamides aromatiques, dont les liaisons d'al-
10 longement de la chaîne sont ou bien coaxiales ou bien parallèles et de sens opposé, en faisant arriver ces solutions dans un bain coagulant, puis en les faisant passer, en même temps que le coagulant qui déborde, à travers un tube de filage vertical aligné avec la filière. On obtient
15 de meilleurs résultats si l'entrée du tube de filage est munie d'un anneau défecteur comme décrit dans le brevet des E.U.A. n° 4 078 034.

Ce procédé donne des filaments de polyamides aromatiques, par exemple de poly-(p-phénylène-téréphtal-
20 amide), de grande résistance et à module élevé, qui sont utiles dans la fabrication de pneumatiques de véhicule, de courroies industrielles, de cordages, de câbles, de gilets pare-balles, de vêtements protecteurs ainsi que pour d'autres usages.

25 Les efforts visant à augmenter les vitesses de filage au-delà d'environ 450 m/mn entraînent une diminution de la résistance des fibres, particulièrement quand le titre du fil filé est de l'ordre de 167 tex ou davantage.

30 La présente invention concerne un perfectionnement des procédés de filage selon les brevets des E.U.A. n° 3 767 756 et 4 078 034, déjà cités, grâce auquel la ténacité des filaments et du fil obtenus est accrue, habituellement dans une proportion notable, d'au moins
35 0,88 dN/tex, à une vitesse de filage donnée, supérieure à 250 m/mn. Les fils obtenus ont aussi une persistance accrue de leur ténacité, aussi bien lorsqu'on les fait

vieillir à haute température que lorsqu'on les convertit en câblés. En général, l'importance des améliorations augmente avec la vitesse à laquelle on retire du tube de filage le fil extrudé.

- 5 Le procédé selon l'invention, pour la fabrication de filaments de polyamide aromatique de grande résistance et à module élevé, consiste à extruder à travers une filière une solution acide contenant au moins, pour 100 ml d'acide, 30 g d'un polyamide aromatique, dont les liaisons d'allongement de la chaîne sont ou bien coaxiales ou bien parallèles et de sens opposés et qui a une viscosité inhérente d'au moins 4, en faisant arriver la solution dans un bain coagulant à travers une couche de fluide non coagulant, inerte, pour former des filaments, 15 que l'on fait passer, en même temps que du liquide coagulant qui déborde, à travers un tube de filage aligné avec la filière; le procédé selon l'invention est caractérisé par le fait qu'il consiste en outre, pendant les 2 ms qui suivent l'entrée des filaments dans le tube 20 de filage, à injecter symétriquement autour des filaments un supplément de liquide coagulant, suivant une direction descendante, faisant un angle θ , de 0 à 85°, avec les filaments, les débits du liquide coagulant injecté et du liquide coagulant qui déborde étant tous deux maintenus 25 constants de telle sorte que le rapport de leurs quantités de mouvement, ϕ , est compris entre 0,5 et 6,0, et que le débit massique de liquide coagulant total représente 70 à 200 fois le débit massique des filaments. Les filaments et le liquide coagulant peuvent ne pas être confinés en dessous du point où le liquide d'injection est introduit, ou bien ils peuvent être confinés dans un prolongement du tube de filage, présentant la même forme de section que le tube de filage, la plus petite dimension de sa section ^{étant} comprise entre 0,5 et 1,5 fois celle du 30 tube de filage, et un rapport longueur/plus petite dimension compris entre 0,5 et 10. De préférence, on applique le liquide injecté pendant la milliseconde qui suit l'en-

trée dans le tube de filage. De préférence, on enroule les filaments à une vitesse d'au moins 457 m/mn, de préférence d'au moins 594 m/mn, et, plus spécialement, d'au moins 686 m/mn. L'angle θ est de préférence de 30 à 45°.

- 5 De préférence, ϕ vaut de 1,5 à 4 et le débit massique du liquide coagulant total représente de préférence 80 à 120 fois celui des filaments. Si les filaments et le liquide coagulant sont confinés dans un prolongement du tube de filage, le prolongement a de préférence la même
- 10 dimension de section que le tube de filage, et son rapport longueur/plus petite dimension est d'environ 5. La dimension nécessaire du tube de filage peut être facilement calculée en partant de ϕ et du rapport des débits massiques.

- 15 A titre d'exemple, on a décrit ci-dessous et illustré schématiquement au dessin annexé, plusieurs modes d'exécution du procédé selon l'invention.

- La figure 1 montre un tube de filage comprenant une buse de refroidissement, et convenant à la mise en
- 20 oeuvre du procédé selon l'invention.

Les figures 2a à 2e illustrent diverses configurations de buses convenant à la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

- La figure 3 représente une disposition typique
- 25 de l'appareil destinée à illustrer le calcul de ϕ .

La figure 4 est un graphique représentant les variations de la ténacité en fonction de ϕ dans le cas de l'exemple 9 indiqué ci-après.

- Le procédé selon l'invention permet de favoriser
- 30 un accroissement de la ténacité de tous les fils de polyamide aromatique à orientation para, mais, habituellement, les titres vont de 33 à 5000 dtex, et, de préférence, de 222 à 3333 dtex, et les titres individuels des filaments sont habituellement de 0,56 à 3,33 dtex, et de pré-
- 35 férence de 1,1 à 2,5 dtex.

La plus petite dimension de la section des buses (par exemple le diamètre des trous ou la largeur des fentes)

est généralement de 0,05 à 2,5 mm, de préférence de 0,13 à 0,51 mm. De même, la vitesse du liquide coagulant injecté peut atteindre 150% de celle du fil à traiter, mais, de préférence, elle ne dépasse pas environ 85% de la vitesse du fil.

On a observé deux mécanismes qui semblent responsables des propriétés de traction améliorées que l'on obtient par le procédé selon l'invention. Premièrement, la tension le long du fil en dessous du prolongement du tube de filage est réduite, ce qui est désirable; deuxièmement, il se produit une dilatation du fil de sorte que le liquide coagulant refroidit plus efficacement le fil qui avance et en extrait plus efficacement les constituants du solvant. Ces effets peuvent être mis en rapport avec le nombre ϕ (rapport des quantités de mouvement), défini ci-après. Il faut une valeur minimale de ϕ d'environ 0,5 pour obtenir des améliorations statistiquement significatives.

La valeur optimale de ϕ n'est pas une constante, mais elle dépend plutôt généralement du titre et de la vitesse de filage du fil à traiter, les moindres valeurs du titre et de la vitesse correspondant à de moindres valeurs de ϕ dans la gamme utile, et vice versa. En outre, on n'observe pas d'amélioration à moins que la filière, le tube de filage, les buses et le prolongement du tube de filage ne soient soigneusement alignés sur le même axe, et que les éléments de buse ne soient soigneusement conçus et alignés de manière à assurer une injection parfaitement symétrique autour du fil. Tout défaut d'alignement des éléments de la buse, ou bien l'introduction de particules solides dans les orifices de buse, détruisant la symétrie parfaite, ont pour effet de réduire ou d'éliminer les améliorations. Cette symétrie peut être assurée par deux ou plusieurs orifices de buse ou par des fentes espacées symétriquement autour du ou des fils.

On va décrire un exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention à l'aide de la figure 1, qui est

une coupe verticale de l'appareil 10, par un plan passant par le trajet T du fil, qui constitue un axe de symétrie. A part les orifices d'entrée du liquide, tous les éléments représentés sont symétriques autour d'un

5 centre et auraient la même apparence dans tout plan de section similaire. Les parois latérales 12 et le fond 14 forment un récipient cylindrique, destiné au liquide coagulant et muni aussi d'une paroi supérieure partielle, comprenant des lèvres 16. Une paroi intérieure partiel-

10 le, non perforée 18, s'étend sur la majeure partie de la distance entre le fond 14 et la lèvre 16, le reste de la distance étant couverte par un tamis 20, ou un élément similaire. Une chambre de tranquillisation, 22, est formée par une cloison intérieure 24, munie de multiples

15 orifices, 26, pour l'écoulement du liquide. Dans l'appareil 10 est inséré axialement un ensemble 30, monté dans des éléments de retenue, 32, de manière à permettre son réglage vertical. Structuralement, l'ensemble 30 comprend une enveloppe extérieure 34 et une enveloppe intérieure

20 36, écartées de manière à ménager un passage 38, destiné au liquide coagulant, qui est introduit, de façon dosée, dans ledit passage 38, par l'orifice d'entrée 40. Au sommet de l'ensemble 30, le tube de filage 42 traverse la paroi extérieure. L'élément inséré 44 comprend un

25 prolongement 46 du tube de filage 42, et les faces en regard, prévues à la base du tube de filage 42 et au sommet du prolongement 46, sont usinées et écartées de manière à former une buse à fente 48, symétrique autour d'un centre.

30 En service, du liquide coagulant est amené par un orifice extérieur (non représenté) au collecteur 22, il monte par les trous 26 jusqu'aux lèvres 16, et traverse les tamis d'orientation de l'écoulement 20, cela jusqu'à ce que l'appareil 10 soit plein de liquide coagulant

35 jusqu'à un niveau fixe 50, maintenu par un débordement minimal de liquide par dessus les lèvres 16 vers une zone collectrice (non représentée). Par suite de la hauteur h

du niveau 50 au-dessus de l'entrée du tube de filage 42, le liquide coagulant est refoulé vers le bas à travers le tube de filage 42, avec un débit déterminé par le réglage vertical de l'ensemble 30. En même temps, un supplément de liquide coagulant est amené de façon dosée par l'orifice 40 au conduit compris entre les enveloppes 34 et 36, et il arrive par la buse 48 dans le courant de liquide coagulant qui est refoulé dans le tube de filage 42.

10 L'ensemble de l'appareil 10 est soigneusement aligné axialement sur le trajet T des filaments (non représentés pour plus de clarté), qui sont extrudés à travers la filière 52. Un espace d'air 54 sépare la filière 52 de la surface 50 du liquide coagulant. Les tamis 20 engendrent un écoulement pratiquement horizontal du liquide
15 coagulant, ce qui, grâce en outre à un diamètre suffisamment grand des parois intérieures 18, assure le calme nécessaire de la surface 50.

Le débit Q_2 du liquide coagulant injecté est
20 réglé par un pompage dosé. Le débit Q_1 du liquide coagulant est réglé par une mesure en réglant la dimension h , mais il dépend aussi du diamètre du tube de filage 42. La dimension h est ordinairement inférieure à 2,5 cm et de préférence elle est d'environ 1,3 cm. Si elle est trop
25 petite, de l'air est aspiré dans le tube de filage 42 par l'action de pompage des filaments qui avancent, et cela est nuisible aussi bien aux propriétés de traction qu'à la qualité mécanique du fil fabriqué. Ainsi, il faut que h soit assez grand pour assurer qu'il n'y ait pas de
30 bulles de gaz entraînées. Comme indiqué plus haut, il faut régler Q_1 et Q_2 de manière à obtenir un rapport des quantités de mouvement, ϕ , se situant dans une gamme donnée et aussi un rapport R, entre le poids du liquide coagulant et le poids des filaments, se situant dans une gamme donnée.
35 Les considérations ci-dessus permettent de calculer facilement un diamètre approprié du tube de filage 42.

Les figures 2a à 2e montrent schématiquement

quelques types appropriés de configurations symétriques de buse que l'on peut utiliser. Le tube de filage, ainsi que son prolongement lorsqu'il existe, n'ont pas besoin d'avoir les mêmes dimensions minimales de leur section (c'est-à-dire des diamètres identiques pour les figures 2a, 2b, 2c et 2e et des écartements identiques pour la figure 2d), bien qu'ils soient représentés avec des dimensions égales sur lesdites figures 2a à 2e. La figure 2a représente une buse unique, continue, du type à fente, telle qu'on vient de la décrire. La figure 2c représente une buse formée d'une seule rangée de trous cylindriques; la figure 2b montre que l'on peut aussi utiliser de multiples rangées de trous, pourvu que la symétrie de l'écoulement soit maintenue. La figure 2d représente une buse de forme linéaire, servant à traiter un faisceau de filaments non pas circulaire, mais linéaire. Enfin, la figure 2e représente schématiquement une disposition permettant de donner à θ la valeur zéro (voir figure 3). Cette figure suggère une multitude de dispositions symétriques de buse, appropriées.

Le procédé selon l'invention permet au fabricant de fournir des filaments de propriétés améliorées. C'est pour cela surtout qu'il est important du point de vue commercial. Etant donné que les améliorations se font dans le sens d'un accroissement, il est facile d'obtenir, pour n'importe quelle expérience donnée, des résultats qui ne montrent pas une amélioration, puisque l'alignement des éléments de l'appareil, l'injection symétrique et l'élimination des particules pouvant gêner le fonctionnement symétrique d'une buse, par ailleurs symétrique, sont tout à fait déterminants pour l'obtention d'un résultat optimal. Il est relativement facile de prendre de telles précautions dans un processus industriel, mais elles sont difficiles à maîtriser dans des expériences de laboratoire, comportant des réajustements répétés. Ainsi, il est normalement nécessaire d'effectuer plusieurs essais expérimentaux avant de pouvoir spécifier avec certitude le

degré d'une amélioration donnée.

En ce qui concerne la condition d'après laquelle θ doit aller de 0 à 85°, il est à souligner que l'on obtient aussi des résultats satisfaisants pour $\theta = 90^\circ$.

5 Toutefois, avec ce choix de θ , le processus est très délicat à maîtriser, et cela n'est donc pas désirable dans la pratique commerciale.

L'utilisation d'une injection supplémentaire diminue la tension nécessaire pour faire avancer les fils
10 à une vitesse donnée à la suite de l'injection, et il semble que cette diminution de tension soit responsable au moins partiellement de la ténacité améliorée. Si l'on règle Q_1 et Q_2 de manière à assurer une ténacité optimale, il est logique de déterminer les effets de l'injection en diminuant Q_2 par paliers jusqu'à ce que $Q_2 = 0$.
15 Il en résulte habituellement une diminution de ténacité, mais la tension pour $Q_2 = 0$ est souvent réduite brusquement, ainsi que la qualité du fil. Cependant, cela induit en erreur puisqu'on a maintenu Q_1 constant. La valeur de
20 Q_1 qui est optimale lorsque $Q_2 \neq 0$ et que θ est dans la gamme efficace, est trop faible pour un résultat optimal lorsque $Q_2 = 0$. Ainsi, la tension notablement réduite que l'on observe fréquemment est due à l'entraînement de gaz dans le tube de filage à cause d'une trop petite valeur
25 de h (figure 1).

La comparaison la plus valable des résultats d'essais avec et sans l'injection supplémentaire selon l'invention suppose des réglages optimisés des divers paramètres d'écoulement pour chaque solution de polymère et
30 chaque vitesse d'avance des filaments. Lorsqu'on y procède, on fait varier pratiquement toutes les variables. Les exemples ci-après rassemblent des résultats expérimentaux de manière à montrer de la façon la plus efficace les diverses améliorations et la portée de l'invention. Ainsi
35 qu'on y a fait allusion précédemment, on a effectué un grand nombre d'essais pour confirmer les améliorations résultant de l'invention, et, pour les raisons mentionnées,

ils ne faisaient pas tous apparaître des améliorations de façon constante. Toutefois, l'analyse de tous les résultats a confirmé que le procédé selon l'invention augmente toujours la ténacité réalisable, et que, pratiquement
 5 toujours, il l'augmente d'au moins 0,88 dN/tex.

On a mesuré les propriétés des fils à 24°C et 55% d'humidité relative, sur des fils qui avaient été placés dans les conditions d'essai pendant 14 heures au minimum. Avant l'essai, on tordait chaque fil avec un
 10 coefficient de torsion de 1,1 (par exemple, à un fil d'un titre nominal de 1670 dtex, on appliquait une torsion d'environ 0,8 tour/cm). On mesurait la ténacité sur des longueurs de 25,4 cm avec une déformation de 50% par minute. Les masses linéiques ont été calculées d'après les
 15 poids de longueurs connues de fil, corrigés sur une base exempte d'apprêt contenant 4,5% d'humidité.

La viscosité inhérente (η_{inh}) à 30°C, a été calculée par la formule :

$$\eta_{inh} = \ln(t_1/t_2) / c \quad (1)$$

20 dans laquelle :

t_1 = temps d'écoulement de la solution dans le viscosimètre,

t_2 = temps d'écoulement du solvant dans le viscosimètre,

25 c = concentration de polymère de 0,5 g/dl,

le solvant étant H_2SO_4 à 96%. Pour déterminer la viscosité inhérente du fil, le "polymère" était un tronçon de fil.

Dans les exemples suivants, les solutions de
 30 filage comprenaient $19,4\% \pm 0,1\%$ (en poids) de poly-(p-phénylène-téréphtalamide) dans H_2SO_4 à 100,1% comme solvant.

On a extrudé la solution de filage à travers une filière entre 75 et 80°C. Les filaments extrudés passaient d'abord à travers un intervalle d'air de 0,64 cm,
 35 puis à travers un liquide coagulant (voir la figure 1), maintenu entre 2 et 5°C, et formé d'eau contenant 3 à 4%

en poids de H_2SO_4 . Après lavage, neutralisation et séchage, on enroulait le fil à une vitesse (appelée ci-après "vitesse du fil") pratiquement identique à la vitesse du fil à l'endroit d'un guide de changement de direction, placé en dessous de l'appareil de la figure 1.

Pour la plupart des exemples, la filière utilisée présentait 1000 orifices de 0,064 mm de diamètre, régulièrement espacés en rangées sur un cercle de 4,3 cm de diamètre. Lorsqu'on file des nombres différents de filaments, on fait varier le diamètre du cercle des orifices pour obtenir une dimension et un espacement pratiquement égaux des orifices.

Le rapport des quantités de mouvement est par définition le rapport entre la quantité de mouvement (M_2) suivant la direction du fil, pour le liquide coagulant injecté, et la quantité de mouvement (M_1) du liquide coagulant qui déborde; autrement dit, $\phi = M_2/M_1$. La quantité de mouvement est par définition le produit du débit massique par la vitesse d'écoulement. Pour le liquide injecté comme pour le liquide qui déborde, le débit massique (m) est donné par la relation :

$$m = K_a Q \quad (2)$$

dans laquelle Q est le débit volumétrique (mesuré).

La figure 3 représente une disposition typique d'appareil servant à illustrer le calcul de ϕ . Le tube de filage 1 est un passage cylindrique aménagé dans un élément comportant aussi la surface supérieure 2 d'une buse du type à fente 4, qui s'étend symétriquement sur 360° autour de la direction T du fil. Un prolongement 6 du tube de filage 1 est un passage cylindrique aménagé dans un élément qui comporte aussi la surface inférieure 8 de la buse 4. L'angle entre la buse 4 et la direction T du fil est θ .

La vitesse V_1 du liquide qui déborde avec un débit Q_1 est :

$$V_1 = \frac{Q_1}{A_1} = \frac{4k_b Q_1}{\pi d_1^2} \quad (3)$$

et la vitesse V_2 du liquide injecté suivant la direction T du fil est :

$$V_2 = k_b \frac{Q_2}{A_2} \cos \theta \quad (4)$$

5

Dans ce cas, A_2 est l'aire de la surface courbe du tronc de cône droit (indiqué par des pointillés sur la figure 3), calculée par la formule :

$$A_2 = \pi(r_a + r_b) \sqrt{h^2 + (r_b - r_a)^2} \quad (5)$$

10

dans laquelle :

r_b = rayon de la base du tronc de cône,

r_a = rayon du sommet du tronc de cône = $d_1/2$,

15

h = hauteur du tronc de cône = $d_2 \sin \theta$.

D'après des considérations purement géométriques, on a :

$$r_b = \frac{d_b}{2} = \frac{d_1}{2} + d_2 \cos \theta \quad (6)$$

20 donc :

$$\begin{aligned} A_2 &= \pi(d_1 + d_2 \cos \theta) \sqrt{d_2^2 \sin^2 \theta + d_2^2 \cos^2 \theta} \quad (7) \\ &= \pi d_2 (d_1 + d_2 \cos \theta) \end{aligned}$$

25

et en outre :

$$V_2 = k_b Q_2 \cos \theta / [\pi d_2 (d_1 + d_2 \cos \theta)] \quad (8)$$

30 En combinant tous les éléments obtenus, il vient :

$$\phi = \frac{m_2 V_2}{m_1 V_1} = \frac{(k_a Q_2)}{(k_a Q_1)} \cdot \frac{k_b Q_2 \cos \theta}{4 k_b Q_1} \cdot \frac{\pi d_1^2}{\pi d_2 (d_1 + d_2 \cos \theta)} \quad (9)$$

qui se ramène à :

35

$$\phi = \frac{Q_2^2 \cos \theta}{4 Q_1^2} \times \frac{d_1^2}{d_2 (d_1 + d_2 \cos \theta)} \quad (10)$$

Du moment que d_1 et d_2 ainsi que Q_1 et Q_2 sont exprimés dans les mêmes unités, le rapport ϕ est indépendant des unités choisies.

- Le rapport des débits massiques mentionné est
- 5 le rapport entre le débit massique du liquide coagulant total et le débit massique des filaments. L'unité de base du débit de liquide, Q , est ici le l/mn :

$$Q \times 1030 = \text{débit massique en g/mn.}$$

- 10 Pour le fil, les grandeurs fondamentales sont la vitesse Y en m/mn et le titre D en g/km (ou tex) :

$$\frac{YD}{1000} = \text{débit massique en g/mn.}$$

- 15 Le rapport devient alors :

$$\frac{Q}{YD} \times 1030 \times 1000 = \frac{Q}{YD} \times 1,03 \times 10^6$$

- Dans ces calculs, on a supposé que la masse volumique du
- 20 liquide coagulant est d'environ 1,03 g/ml.

Le coefficient de torsion (TM) établit la corrélation entre la torsion par unité de longueur et la masse linéique du fil (ou câblé) à tordre. On le calcule par la relation

25

$$TM = \frac{(dtex)^{1/2} \cdot \text{tours/cm}}{30,3}$$

- Il semble que l'utilisation d'une injection supplémentaire de liquide coagulant selon l'invention améliore le processus de coagulation. Cela est étayé par deux observations. Premièrement, le diamètre du faisceau de fils au sein du courant de liquide coagulant sortant du dispositif comprenant le tube de filage et la buse est plus grand, à la mesure, lorsque la buse est en action.
- 30
- Deuxièmement, en mesurant la température du courant de liquide coagulant qui sort et en calculant le bilan thermique, on a pu confirmer qu'une plus grande quantité
- 35

d'acide sulfurique est extraite du fil (dissolution exothermique) quand la buse est en action.

Pour un système de filage donné, on s'attendrait à obtenir une relation définie entre la ténacité, le débit total de liquide coagulant et ϕ . Pour déduire une telle relation, il faudrait un nombre prohibitif d'essais. Toutefois, les résultats obtenus concordent avec l'hypothèse d'après laquelle un graphique des ténacités maximales réalisables en fonction des débits totaux de liquide coagulant présente une pointe large, avec une grande pente positive pour les faibles débits totaux, et une pente négative relativement faible au-delà de la ténacité maximale réalisable. Au niveau de cette large pointe, des pointes beaucoup plus étroites, correspondant à chaque ϕ , donnent une ténacité maximale sur la pointe large, mais des pentes fortement négatives pour des débits supérieurs à celui qui donne une ténacité maximale. Ainsi, de faibles valeurs de ϕ correspondent à de faibles débits totaux et vice versa, lorsque la ténacité maximale réalisable est obtenue pour chaque valeur donnée de ϕ .

EXEMPLE 1

Cet exemple illustre les résultats que l'on peut obtenir en utilisant un tube de filage sans prolongement, c'est-à-dire sans confinement du courant de liquide coagulant en dessous de la buse. On a fait des comparaisons de résultats en utilisant un tube de filage préalablement optimisé, ne comportant pas de disposition pour l'injection (identifié au Tableau I par "sans buse"). Le tube de filage sans buse avait une longueur de 10,2 cm, un diamètre intérieur de 0,71 mm, et il était muni d'un anneau déflecteur, réducteur de diamètre (appelé ici "bordure"), à son orifice d'entrée, qui, en coupe, avait 0,38 mm de côté (voir brevet des E.U.A. n° 4 078 034).

La buse A était un appareil à tube de filage et à buse comme celui de la figure 1, où le tube de filage a une longueur de 0,97 cm, un diamètre intérieur de 0,96 cm et une "bordure" carrée de 0,51 mm de côté. A la sortie du

tube était placée une buse du type à fente de 360° (figure 2a), présentant une largeur de 1,27 mm et une longueur de 2,54 mm, l'angle θ étant de 45° . Le fonctionnement du tube de filage "sans buse" et de la buse A est comparé
 5 sous le titre "comparaison n° 1" au Tableau I. La hauteur h était de 1,43 cm. Non seulement l'utilisation de la buse A augmente la ténacité, mais elle augmente aussi le module, ce qui est désirable.

A part la modification de la vitesse du fil,
 10 la "comparaison n° 2" reproduit pratiquement la "comparaison n° 1". On n'a pas noté le débit pour le cas "sans buse".

La "comparaison n° 3" est similaire à la "comparaison n° 1" si ce n'est que la buse C diffère de la buse
 15 A, le tube de filage ayant une longueur de 7,6 cm (8 fois plus grande) et la largeur de la buse étant différente. Conformément à d'autres résultats, l'utilisation d'une buse avec un tube de filage long assure une moindre amélioration de la ténacité parce que l'injection est appliquée à $10 \frac{1}{6}$ ms en aval de l'entrée du tube de filage.
 20

On a effectué la série n° 1 en utilisant la buse D qui diffèrait de la buse A par le fait que θ était de 30° et que la largeur de la buse était différente. La série n° 1 montre que la ténacité augmente à mesure que
 25 ϕ augmente, mais que, si R est inférieur à 80, l'amélioration est relativement faible.

EXEMPLE 2

Dans ces deux séries d'essais, on a utilisé la buse E. La buse E diffèrait de la buse A par le fait que
 30 θ était de 30° et que l'on utilisait un prolongement de 2,54 cm ou de 5,08 cm du tube de filage, en dessous de la buse. Le diamètre du prolongement était identique à celui du tube de filage. La hauteur h était de 1,43 cm. La ténacité et le module ont augmenté tous deux à mesure que
 35 ϕ augmentait, mais lorsque ϕ a dépassé 6, le niveau des propriétés a commencé à baisser. Les résultats sont indiqués au Tableau II.

EXEMPLE 3

Dans cet exemple, on a utilisé la buse E de l'exemple 2 avec le prolongement de 5,08 cm, la largeur de la buse étant réglée à 0,51 mm. La vitesse du fil était inférieure, soit 366 m/mn. La masse linéique du fil était en outre multipliée par 3 pour diverses masses linéiques par filament. Dans deux des trois cas, on a fait des comparaisons directes avec des résultats obtenus avec le dispositif sans buse de l'exemple 1. Bien que ϕ ait été réduit de façon indésirable, les ténacités obtenues avec la buse E étaient plus grandes, mais il semble que le degré d'amélioration diminuait à mesure que la masse linéique par filament augmentait. Les résultats sont indiqués au Tableau III.

15 EXEMPLE 4

Cet exemple montre que l'on peut obtenir une amélioration de ténacité même si $\theta = 90^\circ$. En pareil cas, cependant, le procédé est très sensible et la qualité du fil est médiocre. Les buses sont similaires à la buse A, à cela près que la buse H ne présente pas de prolongement du tube de filage en dessous de la buse; la buse I présentait un prolongement de 2,54 cm, ayant un diamètre intérieur égal à celui du tube de filage. Les résultats sont indiqués au Tableau III.

25 EXEMPLE 5

Dans cet exemple, toutes les variables ont été maintenues constantes, excepté Q_2 (et ϕ). La buse B différait de la buse A de l'exemple 1 uniquement par le fait que le tube de filage (de même diamètre) présentait un prolongement de 5,08 cm. On observe que, dans cette comparaison, la ténacité augmentait à mesure que ϕ augmentait, même jusqu'à $\phi = 18,38$. Toutefois, cette grande valeur de ϕ nécessitait de grands débits de liquide coagulant, ce qui augmentait le prix de revient, et diminuait la qualité mécanique du fil. Les résultats sont indiqués au Tableau III.

EXEMPLE 6

Dans cet exemple, toutes les variables ont été

maintenues constantes excepté Q_2 (et $\emptyset$), et on a utilisé la buse G qui est similaire à la buse A, à cela près que $\theta = 0^\circ$ (figure 2e). En outre, le tube de filage avait 1,27 cm de longueur et la buse, 0,63 cm de longueur, et on utilisait un prolongement de 5,08 cm de longueur, ayant un diamètre intérieur de 1,21 cm. La ténacité augmentait à nouveau à mesure que $\emptyset$ augmentait, mais elle semblait atteindre son maximum au voisinage de $\emptyset = 6$. Les résultats sont indiqués au Tableau IV.

10 EXEMPLE 7

Dans cet exemple, on a utilisé une buse M similaire à la buse de la figure 2b, à cela près qu'au lieu de multiples rangées de buses circulaires, il y avait trois buses à fente en série (s'étendant chacune sur 260° autour du tube de filage, à son niveau), et que $\theta = 30^\circ$ pour les trois buses. Chaque buse avait environ 2,5 mm de longueur. La largeur de la buse 1 (au sommet) était de 0,17 mm. On utilisait respectivement des cales de 0,30 et 0,38 mm pour établir la largeur des buses 2 et 3. Pour $\theta = 30^\circ$, elles donnaient des largeurs de buse de 0,15 et 0,19 mm respectivement. Le tube de filage au-dessus de la buse 1 avait un diamètre de 0,95 cm et une longueur d'environ 0,98 cm. Entre les buses 1 et 2, la longueur et le diamètre étaient respectivement d'environ 1,09 cm et 0,86 cm. Entre les buses 2 et 3, le diamètre et la longueur étaient d'environ 1,17 cm et 0,89 cm respectivement. Enfin, le prolongement en dessous de la buse 3 avait un diamètre d'environ 1,30 cm et une longueur d'environ 2,67 cm. On a pris des mesures pour faire fonctionner toutes les combinaisons des buses pendant l'essai, et les titres du Tableau IV. indiquent les combinaisons utilisées. On observe que, excepté pour les deux cas où $\emptyset$ est de 0,5 ou en dessous, on obtient de très grandes ténacités. Ces deux essais viennent aussi à l'appui de cette conclusion générale que les résultats s'améliorent à mesure que l'on diminue le temps précédant l'introduction du liquide d'injection.

EXEMPLE 8

Dans cet exemple, on a utilisé une buse (buse N) pratiquement identique à la buse E, avec le prolongement de 5,08 cm, mais, dans ce cas, le prolongement avait un plus grand diamètre (1,07 cm). On a utilisé la buse N avec un équipement ne comportant pas de moyens pour mesurer Q_1 . L'intervalle d'air (h sur la figure 1) était de 1,14 cm. On a utilisé aux fins de comparaison l'ensemble optimisé sans buse de l'exemple 1 (l'intervalle d'air était de 1,78 cm). Sur le Tableau V, on peut voir que la buse N donne des ténacités de fil considérablement supérieures à celles que l'on obtient avec l'ensemble sans buse pour des vitesses égales du fil.

On a testé aussi les fils de cet exemple pour déterminer la "charge de rupture après vieillissement thermique" en mesurant la ténacité après avoir soumis les fils, à l'état relâché, à une température de 240°C pendant 3 heures. Les données du Tableau V confirment que l'amélioration de la ténacité obtenue grâce à l'invention, persiste après vieillissement thermique.

Dans un essai séparé, on a tordu les fils de cet exemple avec un coefficient de torsion de 6,5 dans un sens, puis on les a assemblés par trois avec un coefficient de torsion de 6,5 dans le sens opposé, pour obtenir des câblés 1500-1-3. On a plongé ces câblés dans une composition normale de latex résorcinol/formaldéhyde, on les a séchés sous tension, et on a déterminé la ténacité. Les résultats sont indiqués sous le titre "ténacité du câblé" au Tableau V, et ils confirment que l'amélioration de la ténacité obtenue grâce à l'invention persiste après conversion en câblés pour pneumatiques.

EXEMPLE 9

On a effectué un grand nombre d'essais en utilisant la buse N de l'exemple 8 pour obtenir des fils à 1000 filaments de 1670 dtex. Les résultats de ces essais sont indiqués au Tableau VI. La vitesse de filage était de 686 m/mn. La figure 4 est un graphique représentant les

variations de la ténacité en fonction de ϕ pour les 5 groupes de données. Il existe une erreur expérimentale évidente, indiquée par des tiretés sur les courbes A et D. Il est évident que la ténacité augmente d'abord rapidement à mesure que ϕ augmente, et qu'elle passe finalement par un maximum. Il y a des indications d'après lesquelles, dans certains cas, il existe des améliorations utiles de la ténacité pour des valeurs de ϕ supérieures à 10. Toutefois, ces grandes valeurs de ϕ nécessitent de très grands débits de liquide coagulant, qui ne sont pas seulement peu économiques, mais qui diminuent aussi la qualité mécanique des fils obtenus. Généralement, il faut que $\phi = 0,5$ pour qu'il soit confirmé une amélioration notable de la ténacité, et, au-delà d'une valeur ϕ d'environ 6, d'autres effets diminuent la valeur des améliorations de la ténacité. Il est préférable que ϕ aille de 1,5 à 4,0 environ.

TABIEAU I
EXEMPLE 1

	<u>Comparaison n° 1</u>	
	<u>Buse A</u>	<u>Sans buse</u>
Vitesse du fil (m/mn)	457	457
Titre du fil (dtex)	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67
η_{inh} du fil	-	-
Largeur de la buse (mm)	1,27	-
θ	45	-
Q_1 (L/mn)	12,1	12,9
Q_2 (I/mn)	6,1	-
ϕ	0,3	-
R	241	171
Ténacité (dN/tex)	21,2	20,2
Allongement (%)	3,7	4,0
Module (dN/tex)	469	393
Temps de l'entrée du tube		
de filage jusqu'à la buse (ms)	1,27	-

	<u>Comparaison n° 2</u>	
Vitesse du fil (m/mn)	608	608
Titre du fil (dtex)	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67
η_{inh} du fil	-	-
Largeur de la buse (mm)	1,27	-
θ	45	-
Q_1 (L/mn)	7,00	-
Q_2 (L mn)	6,59	-
ϕ	1,07	-
R	135	-
Ténacité (dN/tex)	19,3	18,0
Allongement (%)	3,5	3,4
Module (dN/tex)	481	460
Temps de l'entrée du tube		
de filage jusqu'à la buse (ms)	0,95	-

TABLEAU IEXEMPLE 1

(suite)

	<u>Comparaison n° 3</u>	
	<u>Buse C</u>	<u>Sans buse</u>
Vitesse du fil (m/mn)	457	457
Titre du fil (dtex)	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67
n_{inh} du fil	-	-
Largeur de la buse (mm)	0,64	-
e	45	-
Q_1 (I/mn)	4,54	12,5
Q_2 (I/mn)	4,81	-
ϕ	2,84	-
R	124	166
Ténacité (dN/tex)	20,9	20,2
Allongement (%)	4,3	4,1
Module (dN/tex)	373	390
Temps de l'entrée du tube		
de filage jusqu'à la buse (ms)	10,0	-

TABLEAU IEXEMPLE 1

(suite)

Série n° 1

Vitesse du fil (m/mm)	686	686	686	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	-	-	-	-	4,4
Largeur de la buse (mm)	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33
e	30	30	30	30	30
Q ₁ (L/mn)	5,79	5,79	5,79	5,79	5,79
Q ₂ (L/mn)	0	2,12	3,03	4,81	8,37
ϕ	0	0,81	1,66	4,18	12,65
R	51	70	78	94	125
Ténacité (dN/tex)	16,0	16,6	16,5	17,1	17,1
Allongement (%)	4,4	4,2	4,2	4,1	4,0
Module (dN/tex)	338	351	346	357	364
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,84	0,84	0,84	0,84	0,84

TABLEAU IIEXEMPLE 2BUSE Eprolongement de 2,54 cm

Vitesse du fil (m/mr.)	686	686	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	5,0	5,0	5,0	5,0
Largeur de la buse (mm)	0,33	0,33	0,33	0,33
θ	30	30	30	30
Q_1 (L/mn)	7,12	7,12	7,12	7,12
Q_2 (L/mn)	0	3,03	5,79	7,49
ϕ	0	1,10	4,02	6,73
R	63	90	114	129
Ténacité (dN/tex)	17,1	18,3	20,2	19,2
Allongement (%)	4,1	4,1	4,2	4,2
Module (dN/tex)	333	344	364	355
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,84	0,84	0,84	0,84

TABLEAU IIEXEMPLE 2

(suite)

BUSE E

prolongement de 5,08 cm

Vitesse du fil (m/mn)	686	686	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	5,0	5,0	5,0	5,0
Largeur de la buse (mm)	0,33	0,33	0,33	0,33
ϕ	30	30	30	30
Q_1 (L/mn)	9,01	9,01	9,01	9,01
Q_2 (L/mn)	0	3,03	4,81	8,37
ϕ	0	0,69	1,73	5,23
R	80	106	122	154
Ténacité (dN/tex)	16,8	17,6	19,0	19,4
Allongement (%)	3,9	3,9	4,1	4,1
Module (dN/tex)	346	359	351	352
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,84	0,84	0,84	0,84

TABLEAU IIIEXEMPLE 3

	<u>Comparaison n° 1</u>	
	<u>Buse E</u>	<u>Sans buse</u>
Vitesse du fil (m/mn)	366	366
Titre du fil (dtex)	3330	3330
dtex/filament	1,67	1,67
η_{inh} du fil	5,3	5,3
Largeur de la buse (mm)	0,51	-
θ	30	-
Q_1 (L/mn)	16,7	16,8
Q_2 (L/mn)	3,8	-
ϕ	0,20	-
R	169	140
Ténacité (dN/tex)	19,7	18,5
Allongement (%)	4,3	5,1
Module (dN/tex)	413	339
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	1,58	-

TABIEAU IIIEXEMPLE 3

(suite)

Comparaison n° 2

	<u>Buse E</u>	<u>Sans buse</u>	<u>Buse E</u>
Vitesse du fil (m/mn)	366	366	366
Titre du fil (dtex)	3330	3330	3330
dtex/filament	1,99	1,99	2,65
η_{inh} du fil	5,4	5,3	-
Largeur de la buse (mm)	0,51	-	0,51
θ	30	-	30
Q_1 (L/mn)	16,1	18,9	16,1
Q_2 (L/mn)	3,8	-	3,8
ϕ	0,22	-	0,22
R	165	157	165
Ténacité (dN/tex)	19,8	18,8	19,3
Allongement (%)	4,2	4,1	4,7
Module (dN/tex)	423	401	336
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	1,58	-	1,58

TABLEAU IIIEXEMPLE 4

(suite)

	<u>Buse H</u>	<u>Buse I</u>
Vitesse du fil (m/mn)	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67
η_{inh} du fil	-	5,05
Largeur de la buse (mm)	0,33	0,33
θ	0	0
Q_1 (L/mn)	6,1	7,6
Q_2 (L/mn)	3,9	2,1
ϕ	0	0
R	88	86
Ténacité (dN/tex)	19,7	17,9
Allongement (M)	4,4	4,1
Module (dN/tex)	361	401
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,84	0,84

TABLEAU IIIEXEMPLE 5

(suite)

	<u>Série - Buse B</u>				
	1	2	3	4	5
Vitesse du fil (M/mn)	686	686	686	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	4,6	4,6	4,6	4,6	4,6
Largeur de la buse (mm)	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33
θ	45	45	45	45	45
Q_1 (L/mn)	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35
Q_2 (L/mn)	0	2,12	3,03	4,80	8,40
ϕ	0	1,67	2,41	6,07	18,38
R	38	57	65	81	112
Ténacité (dN/tex)	14,7	15,6	16,2	17,1	18,7
Allongement (%)	4,4	4,4	4,5	4,5	4,7
Module (dN/tex)	300	298	312	326	330
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,84	0,84	0,84	0,84	0,84

TABLEAU IV
EXEMPLE 6

	<u>Série - buse G</u>			
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
Vitesse du fil (m/mn)	686	686	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	5,0	5,0	5,0	5,0
Largeur de la buse (mm)	0,51	0,51	0,51	0,51
θ	0	0	0	0
Q_1 (L/mn)	6,74	6,74	6,74	6,74
Q_2 (L/mn)	0	3,01	5,75	8,37
ϕ	0	0,90	3,25	6,86
R	60	86	110	133
Ténacité (dN/tex)	17,3	17,9	18,2	17,9
Allongement (%)	4,0	4,0	3,9	3,8
Module (dN/tex)	334	354	369	374
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	1,11	1,11	1,11	1,11

TABLEAU IVEXEMPLE 7

	<u>Buse M</u>			
	<u>Buse 1</u>	<u>Buses 1,2,3</u>	<u>Buse 1</u>	<u>Buses 1,2,3</u>
Vitesse du fil (m/mn)	608	608	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	-	-	-	-
Largeur de la buse (mm)	voir texte			
θ	30	30	30	30
Q_1 (L/mn)	12,5	11,4	11,7	11,7
Q_2 (L/mn)	5,9	6,4	5,7	7,4
ϕ	2,39	3,5	2,53	4,28
R	183	177	154	169
Ténacité (dN/tex)	21,5	21,6	20,9	21,7
Allongement (%)	-	-	-	-
Module (dN/tex)	-	-	-	-
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,96	0,96	0,86	0,86

TABIEAU IVEXEMPLE 7

(suite)

	Buse M		
	Buses 1,2,3	Buses 1,2,3	Buses 2, 3
Vitesse du fil (m/mn)	686	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670
dtex/filament Fin du fil	1,67	1,67	1,67
Largeur de la buse (mm)	voir texte		
e	30	30	30
Q ₁ (L/mn)	11,0	10,4	11,7
Q ₂ (L/mn)	5,9	2,3	2,3
Ø	3,1	0,5	0,4
R	149	112	124
Ténacité (dN/tex)	21,1	19,8	19,1
Allongement (%)	-	-	-
Module (dN/tex)	-	-	-
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,86	0,86	1,61

TABLEAU V

EXEMPLE 8

	Buse N	Sans buse	Buse N	Sans buse
Vitesse du fil (m/mn)	608	608	686	686
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	-	-	-	-
Largeur de la buse (mm)	0,30	-	0,30	-
θ	30	-	30	-
Q_1 (L/mn)	voir texte			
Q_2 (L/mn)	4,73	-	5,68	-
ϕ	?	-	?	-
R	?	?	?	?
Ténacité (dN/tex)	21,2	19,9	20,8	18,5
Allongement (%)	3,8	3,3	3,9	3,3
Module (dN/tex)	462	521	459	491
Charge de rupture après vieillissement				
thermique (kg)	26,9	24,9	24,8	21,8
Ténacité du câblé (dN/tex)	16,4	15,6	16,1	14,5
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,95	-	0,84	-

TABLEAU V

EXEMPLE 8

(suite)

	Buse N	Sans buse	Buse N	Sans buse
Vitesse du fil (m/mn)	732	732	777	777
Titre du fil (dtex)	1670	1670	1670	1670
dtex/filament	1,67	1,67	1,67	1,67
η_{inh} du fil	-	-	-	-
Largeur de la buse (mm)	0,30	-	0,30	-
θ	30	-	30	-
Q_1 (L/mn)		voir texte		
Q_2 (L/mn)	6,06	-	6,44	-
ϕ	?	-	?	-
R	?	?	?	?
Ténacité (dN/tex)	20,6	18,9	20,4	18,2
Allongement (%)	3,8	3,3	3,7	3,2
Module (dN/tex)	462	511	480	506
Charge de rupture après vieillissement				
thermique (kg)	24,9	22,6	23,4	23,0
Ténacité du câblé (dN/tex)	15,9	14,8	15,8	14,4
Temps de l'entrée du tube de filage jusqu'à la buse (ms)	0,79	-	0,74	-

TABLEAU VI

EXEMPLE 9

	Interstice de la buse (mm)	Q_1 (L/mn)	Q_2 (L/mn)	ϕ
Courbe A (x)	0	11,9	0	0
	0,076	11,7	5,7	6,26
	0,102	11,7	5,7	4,69
	0,152	11,7	5,7	3,11
	0,203	11,7	5,7	2,32
	0,254	11,7	5,7	1,85
	0,381	11,7	5,7	1,22
	0,508	11,7	5,7	0,91
	0,762	11,7	5,7	0,59
	1,016	11,7	5,7	0,43
	1,524	11,7	5,7	0,28
Courbe B (θ)	0,305	10,8	0	0
	0,305	11,0	1,1	0,07
	0,305	10,8	1,9	0,20
	0,305	11,0	2,6	0,38
	0,305	10,8	3,4	0,65
	0,305	10,8	4,2	0,98
	0,305	10,8	5,7	1,82
	0,305	11,0	7,2	2,81
	0,305	11,0	10,2	5,68
	0,305	10,8	11,7	7,76
	0,305	10,8	13,2	9,89
Courbe C (●)	0,305	11,7	0,38	0,007
	0,305	11,7	0,76	0,03
	0,305	11,7	1,14	0,06
	0,305	9,7	1,5	0,16
	0,305	9,4	1,9	0,27
	0,305	9,4	5,7	2,40
Courbe D (△)	0,178	11,7	0	0
	0,178	11,7	5,7	2,70
	0,178	11,5	7,6	4,95
	0,178	11,5	9,5	7,74
Courbe E (◻)	0,178	11,7	0,95	0,07
	0,178	11,7	2,8	0,67
	0,178	11,7	3,8	1,20
	0,178	11,0	5,7	3,04
	0,178	11,0	7,6	5,41
	0,178	11,7	9,5	7,49

TABLEAU VIEXEMPLE 9

(suite)

	<u>Ténacité</u> <u>(dN/tex)</u>	<u>Tension du fil</u> <u>(g)</u>	<u>Rapport</u> <u>de masse</u> <u>liquide/fil</u>
Courbe A (x)	18,8	570	105
	18,8	490	154
	20,3	490	154
	20,2	500	154
	20,4	530	154
	20,2	510	154
	20,4	660	154
	20,1	680	154
	20,3	690	154
	20,6	700	154
	19,8	730	154
Courbe B (e)	18,5	500	95
	19,3	600	109
	19,6	610	112
	19,4	670	120
	19,6	590	125
	19,4	650	132
	19,7	600	146
	19,4	620	161
	19,9	590	187
	20,0	510	199
	19,7	490	212
Courbe C (e)	18,9	700	103
	18,3	700	106
	18,8	500	110
	19,5	490	96
	19,0	475	97
	19,6	500	129
Courbe D (A)	18,5	500	103
	19,4	500	153
	20,1	550	168
	18,8	400	185
Courbe E (f)	17,9	600	111
	18,3	550	128
	18,6	550	136
	19,1	440	147
	19,3	430	164
	19,2	400	187

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication de filaments de polyamide aromatique de grande résistance et à module élevé, consistant à extruder une solution acide contenant
5 au moins, pour 100 ml d'acide, 30 g d'un polyamide aromatique qui a une viscosité inhérente d'au moins 4, et dont les liaisons d'allongement de la chaîne sont ou bien coaxiales ou bien parallèles et de sens opposés, en faisant arriver la solution dans un bain coagulant à travers
10 une couche de fluide non coagulant, inerte, puis en la faisant passer à travers un tube de filage en même temps que du liquide coagulant qui déborde, procédé caractérisé par le fait qu'il consiste en outre, pendant les 2,0 ms qui suivent l'entrée des filaments dans le tube de filage,
15 à injecter symétriquement autour des filaments un supplément de liquide coagulant, dans une direction descendante, faisant un angle θ , de 0 à 85°, avec les filaments, les débits du liquide coagulant injecté et du liquide coagulant qui déborde étant tous deux maintenus constants
20 de telle sorte que le rapport de leurs quantités de mouvement, ϕ , est compris entre 0,5 et 6,0, et que le débit massique de liquide coagulant total représente 70 à 200 le débit massique des filaments.

2. Procédé selon la revendication 1, caracté-
25 risé par le fait que les filaments et le liquide coagulant sont confinés en dessous du point où le liquide d'injection est introduit, au moyen d'un prolongement du tube de filage ayant la même forme de section que le tube de filage, la plus petite dimension de sa section comprise
30 entre 0,5 à 1,5 fois celle du tube de filage, et un rapport longueur/plus petite dimension compris entre 0,5 et 10.

3. Procédé selon la revendication 1, caracté-
risé par le fait que le liquide injecté est appliqué
35 pendant la milliseconde qui suit l'entrée des filaments dans le tube de filage.

4. Procédé selon la revendication 1, caracté-

risé par le fait que les filaments sont enroulés à une vitesse d'au moins 457 m/mn.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que les filaments sont enroulés à une
5 vitesse d'au moins 594 m/mn.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que les filaments sont enroulés à une vitesse d'au moins 686 m/mn.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que $\theta = 30$ à 45° .
10

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que ϕ vaut de 1,5 à 4 et que le débit massique du liquide coagulant total représente 80 à 120 fois le débit massique des filaments.

1 - 3

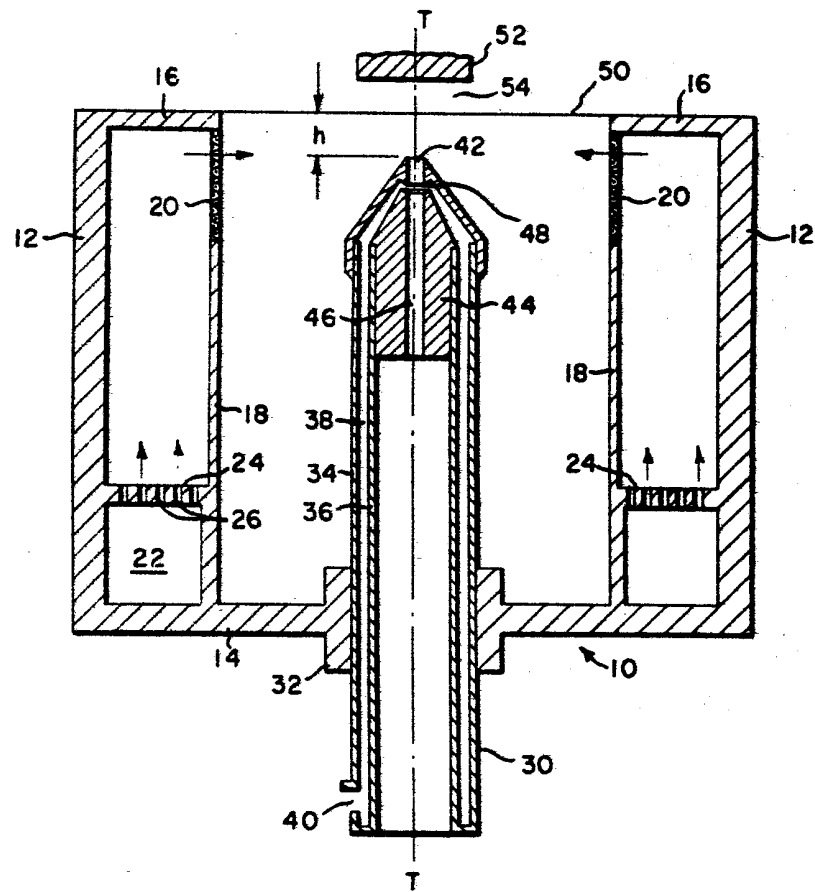
FIG. 1

FIG. 2a FIG. 2b FIG. 2c

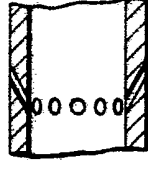
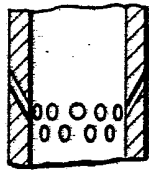
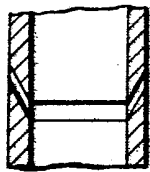


FIG. 2d

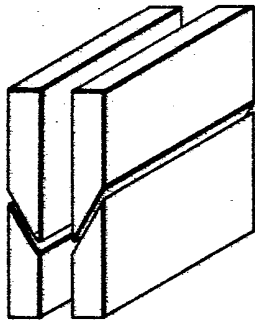


FIG. 2e

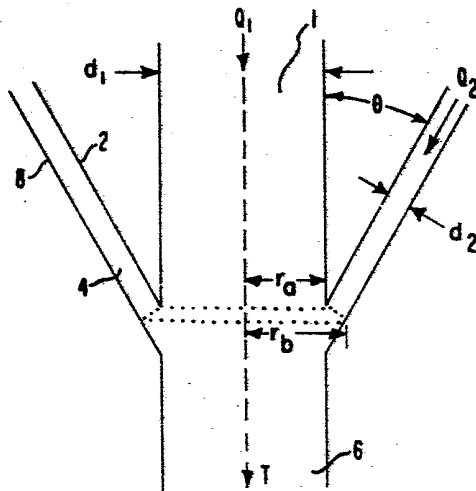
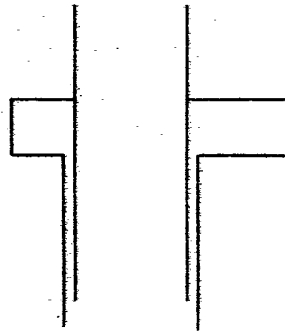


FIG. 3

3 - 3

