

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 553 794

②1 N° d'enregistrement national : **84 16069**

⑤1 Int Cl⁴ : D 01 F 6/60; D 01 D 5/08; D 02 G 3/48; D 02 J 1/22.

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 Date de dépôt : 19 octobre 1984.

③0 Priorité : JP, 20 octobre 1983, n° 58-195170 et 58-195171.

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : BOP! « Brevets » n° 17 du 26 avril 1985.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société dite : ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA. — JP.

⑦2 Inventeur(s) : Kazuyuki Kitamura.

⑦3 Titulaire(s) :

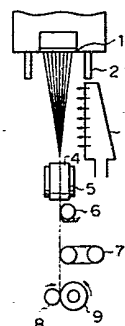
⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Z. Weinstein.

⑤4 Fibre de polyhexaméthylène adipamide ayant une haute stabilité dimensionnelle et une forte résistance à la fatigue, et procédé pour sa préparation.

⑤7 L'invention concerne une fibre de polyhexaméthylène adipamide de haute ténacité ayant une viscosité relative dans l'acide formique de 50 à 150 et une résistance à la traction d'au moins $73,57 \times 10^{-3} \text{ N/d}$.

Selon l'invention, elle a un allongement intermédiaire ne dépassant pas 8 % sous un effort de $52 \times 10^{-3} \text{ N/d}$, une différence entre l'allongement % à la rupture et l'allongement % intermédiaire à $52 \times 10^{-3} \text{ N/d}$ d'au moins 6 % et un facteur de rétrécissement ne dépassant pas 5 % en conditions de chaleur sèche; elle est préparée en faisant fondre le polyhexaméthylène adipamide, en extrudant le produit fondu dans une filière 1, en refroidissant l'extrudat 3 pour le solidifier, en envidant en 8 le fil en filament résultant à une vitesse de 1.000 à 6.000 m/mn puis en étirant à chaud le fil à une vitesse d'étirage ne dépassant pas 100 m/mn.

L'invention s'applique notamment à la préparation de cordes pour enveloppes de bandage pneumatique.



La présente invention se rapporte à une fibre de polyhexaméthylène adipamide ainsi qu'à un procédé pour sa préparation. Plus particulièrement, elle se rapporte à une fibre de polyhexaméthylène adipamide ayant une
5 haute stabilité dimensionnelle et une forte résistance à la fatigue, utilisée comme agent de renforcement du caoutchouc pour une corde de pneumatique, une bande ou analogue, ainsi qu'à un procédé pour sa préparation.

Comme une fibre de polyhexaméthylène adipamide
10 est excellente par sa résistance à la traction, sa solidité, sa résistance à la chaleur, son aptitude à la teinture et à la coloration, on l'utilise largement en tant que matière industrielle, matière intérieure pour literie, fibre pour l'habillement et analogues. En
15 particulier, comme sa résistance à la traction, sa solidité, sa résistance à la fatigue et son adhérence au caoutchouc sont excellentes, on l'utilise largement comme fibre pour des cordes de pneumatique.

Récemment, un effet d'économie d'énergie est
20 souhaité même dans des cordes de pneumatique et le développement d'enveloppes de bandage pneumatique permettant de réduire la consommation de carburant dans les automobiles est requis. En conséquence, des efforts ont été faits par les fabricants de pneumatiques pour produire
25 des pneumatiques ayant une plus faible résistance au roulement et un poids plus léger. En conséquence, des fils ayant une haute stabilité dimensionnelle et une forte résistance à la traction ont été souhaités pour la production de cordes de pneumatique. L'amélioration de la
30 durabilité des pneumatiques est nécessaire, non seulement pour atteindre un effet économique en prolongeant les durées de vie des pneumatiques, mais également pour améliorer la sécurité, et de ce point de vue, des fils ayant une haute résistance à la fatigue sont souhaités.

35 Une fibre de nylon 66 est excellente par rapport à une fibre de nylon 6 par sa résistance à la chaleur et sa stabilité dimensionnelle et elle est également

excellente par rapport à une fibre de polyéthylène téréphtalate par sa résistance à la chaleur, en particulier la résistance à la chaleur en conditions de forte humidité, et la résistance à la décomposition des amines. Cependant, la fibre de nylon 66 est défectueuse par le fait qu'elle est inférieure à la fibre de polyéthylène téréphtalate par sa stabilité dimensionnelle. Par conséquent, dans le domaine des carcasses radiales où la stabilité dimensionnelle est requise, l'on a utilisé principalement l'acier, le polyéthylène téréphtalate et la rayonne. Comme l'acier et la rayonne ont une faible résistance à la traction par unité de poids, la quantité utilisée de cordes par pneumatique augmente, avec pour résultat une augmentation du poids du pneumatique ainsi que de son prix. Le polyéthylène téréphtalate a une mauvaise résistance à la chaleur, en particulier la résistance à la chaleur en conditions très humides et par conséquent, l'utilisation de fibres de polyéthylène téréphtalate est restreinte à des pneumatiques de camion ou d'autobus et à des pneumatiques rapides où la température de fonctionnement est élevée. En tenant compte de cela, il faut améliorer la stabilité dimensionnelle de la fibre de nylon 66 tout en lui maintenant ses excellentes propriétés, comme une forte résistance à la traction, une forte résistance à la chaleur et une forte résistance à la fatigue.

Un procédé d'amélioration de la stabilité dimensionnelle et de la résistance à la fatigue d'un fil de polyester est révélé dans la publication du brevet japonais avant examen N° 53-58032. Dans ce procédé, un polyester principalement composé de polyéthylène téréphtalate est filé à l'état fondu sous un effort important, et le fil en filament non étiré, ayant une relativement forte biréfringence de 9×10^{-3} à 70×10^{-3} , est étiré à chaud. Comme vitesse d'enroulement du fil non étiré, on adopte une vitesse de 1.000 à 2.000 m/mn. Après délivrance de la publication du brevet non examiné ci-dessus, diverses

recherches ont été faites pour améliorer la stabilité dimensionnelle et la résistance à la fatigue en étirant les fils filés à l'état fondu à vitesse rapide. En ce qui concerne les fibres de polyhexaméthylène adipamide, la publication du brevet japonais avant examen N° 58-60012 révèle un procédé consistant à filer, à l'état fondu, du polyhexaméthylène adipamide, à en enrouler le fil en filament filé à une vitesse supérieure à 2.000 m/mn puis à étirer le fil en filament. Cependant, si l'on augmente le degré d'orientation du fil filé en augmentant la vitesse de filage, cela empire l'aptitude à l'étirage. Cette tendance est particulièrement remarquable dans du polyhexaméthylène adipamide ayant un très fort taux de cristallisation. En conséquence, le polyhexaméthylène adipamide est défectueux parce que plus la vitesse de filage est élevée, plus la résistance à la traction et l'allongement du fil étiré obtenu sont faibles. La fonction inhérente d'une corde de pneumatique est une action de renforcement, et si la résistance à la traction et l'allongement de la corde sont réduits, il devient nécessaire d'augmenter la quantité du fil utilisé dans un pneumatique, avec pour résultat une augmentation du poids du pneumatique et de son prix de fabrication.

La présente invention a par conséquent pour objet principal une fibre de polyhexaméthylène adipamide excellente par sa résistance à la traction, son allongement, sa stabilité dimensionnelle et sa résistance à la fatigue.

D'autres objets et avantages de la présente invention deviendront mieux apparents à la lecture de la description qui suit.

Selon un aspect fondamental de la présente invention, on prévoit une fibre de polyhexaméthylène adipamide caractérisée en ce qu'elle a (1) une viscosité relative dans l'acide formique de 50 à 150, (2) une résistance à la traction d'au moins $73,57 \times 10^{-3}$ N/d, (3) un allongement intermédiaire ne dépassant pas 8%

sous un effort de 52×10^{-3} N/d , (4) une différence entre l'allongement (%) à la rupture et l'allongement intermédiaire (%) à 52×10^{-3} N/d d'au moins 6% et (5) un facteur de rétrécissement ne dépassant pas 5% en conditions de chaleur sèche à 160°C.

Une fibre préférée de polyhexaméthylène adipamide est de plus caractérisée en ce qu'elle a (6) un allongement de 12 à 20%, (7) une stabilité dimensionnelle ne dépassant pas 13%, (8) un degré d'orientation cristalline d'au moins 0,85 mais ne dépassant pas 0,92 , (9) un indice de perfection du cristal (CPI) d'au moins 60% et (10) une température de crête T_{max} de la tangente de la perte mécanique dynamique ($\tan \delta$) en mesurant à une fréquence de 110 Hz satisfaisant à la formule qui suit :

$$100 \leq T_{max} + 4(9,5 - DS) \leq 116$$

où DS indique la résistance à la traction ($9,81 \times 10^{-3}$ N/d).

Selon un autre aspect fondamental de la présente invention, on prévoit un procédé de préparation d'une fibre de polyhexaméthylène adipamide, qui consiste à faire fondre du polyhexaméthylène adipamide ayant une viscosité relative dans l'acide formique de 50 à 150, à extruder le produit fondu dans une filière, à refroidir l'extrudat pour ainsi le solidifier, à envider le fil en filament résultant à une vitesse d'enroulement de 1.000 à 6.000 m/mn puis à étirer à chaud le fil en filament à une vitesse d'étirage ne dépassant pas 100 m/mn.

L'invention sera mieux comprise, et d'autres buts, caractéristiques, détails et avantages de celle-ci apparaîtront plus clairement au cours de la description explicative qui va suivre faite en référence aux dessins schématiques annexés donnés uniquement à titre d'exemple illustrant plusieurs modes de réalisation de l'invention et dans lesquels :

- la figure 1 est une vue schématique d'un dispositif de filage à l'état fondu typique utilisé pour la production d'un fil non étiré de polyhexaméthylène

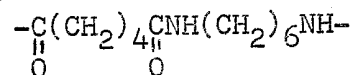
adipamide selon la présente invention;

- la figure 2 est une vue schématique d'un dispositif d'étirage à chaud utilisé pour un étirage en une étape;

5 - la figure 3 est une vue schématique d'un dispositif d'étirage à chaud utilisé pour un étirage en deux étapes; et

- la figure 4 est une vue en coupe d'un réchauffeur du type sans contact.

10 Le polyhexaméthylène adipamide utilisé dans la présente invention se compose principalement d'unités récurrentes ayant la formule qui suit :



15 On peut également utiliser, dans la présente invention, du polyhexaméthylène adipamide modifié par incorporation, jusqu'à 10% en poids, d'autres unités formant une amide comme partie des unités récurrentes. Comme composant formant un amide, à incorporer en une
20 faible quantité, on peut mentionner des acides dicarboxyliques aliphatiques comme l'acide sébacique et l'acide dodécanoïque, des acides dicarboxyliques aromatiques comme l'acide téréphtalique et l'acide isophtalique, des
25 diamines aliphatiques comme la décaméthylène diamine, des diamines aromatiques comme la métaxylylène diamine, des acides ω -aminocarboxyliques comme l'acide ϵ -aminocaproïque, et des lactames comme la caprolactame et la lauryl lactame. Par ailleurs, un mélange de polyhexa-
30 méthylène adipamide avec jusqu'à 20% en poids d'un autre polyamide comme du polycapramide ou du polyhexaméthylène sébaçamide peut être utilisé.

De plus, des additifs habituels, par exemple des composés de cuivre comme l'acétate de cuivre, le chlorure de cuivre, l'iodure de cuivre et un complexe 2-mercaptobenzimidazole-cuivre, des stabilisants thermiques comme
35 le 2-mercaptobenzimidazole et le tétrakis-[méthylène-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphényl)-propionato]-méthane,

des stabilisants à la lumière comme le lactate de manganèse et l'hypophosphite de manganèse, des agents épaississants comme l'acide phosphorique, l'acide phénylphosphonique et le pyrophosphate de sodium, des agents délustrants
5 comme les bioxyde de titane et le kaolin, des lubrifiants comme l'éthylènebis-stéarylamide et le stéarate de calcium et des agents plastifiants, peuvent être incorporés dans le polyhexaméthylène adipamide ci-dessus mentionné.

10 Il est indispensable que la viscosité relative du polyhexaméthylène adipamide utilisé dans la présente invention, dans l'acide formique, soit de 50 à 150. Le terme "viscosité relative dans l'acide formique" indiqué
15 ici signifie une viscosité relative en solution d'une solution formée en dissolvant le polymère dans 90% d'acide formique à une concentration de 8,4% en poids à une température de 25°C. Si la viscosité relative dans l'acide formique est plus faible que 50, la résistance à la fatigue de la fibre de polyhexaméthylène adipamide
20 obtenue est extrêmement mauvaise. Si la viscosité relative dans l'acide formique dépasse 150, l'aptitude à l'étirage est faible et l'on ne peut obtenir un fil de départ ayant une résistance suffisante, et la stabilité dimensionnelle est également faible. Il est préférable que la
25 viscosité relative dans l'acide formique du polyhexaméthylène adipamide soit de 60 à 100.

Le polymère ci-dessus, séché à une teneur en eau ne dépassant pas 0,1%, est filé à l'état fondu en utilisant une machine à filer du type extrudeuse, ou bien
30 le polymère fondu tel qu'obtenue par polymérisation continue est guidé à travers un conduit vers une tête où le polymère est directement filé. A cette étape de filage, la température du produit fondu est de préférence de 270 à 320°C. L'extrudat est refroidi par de l'air froid pour
35 être ainsi solidifié, et un agent d'ensimage lui est appliqué. Le fil en filament est enroulé par un rouleau d'enroulement puis est envidé. Le fil peut être directement

envidé sur un bobinoir après application de l'agent d'ensimage sans utiliser le rouleau d'enroulement.

Il est indispensable que la vitesse d'envidage soit de 1.000 à 6.000 m/mn. Si la vitesse d'envidage est
5 plus faible que 1.000 m/mn, l'amélioration de la résistance à la fatigue et de la stabilité dimensionnelle de la fibre étirée sont faibles. Si la vitesse d'envidage dépasse 6.000 m/mn, la résistance et l'allongement du fil étiré sont faibles. Il est préférable que la vitesse d'envidage
10 ne dépasse pas 5.000 m/mn.

Dans le cas de la fibre de polyhexaméthylène adipamide, si la vitesse de filage est d'environ 600 à environ 4.000 m/mn, le fil envidé s'allonge par absorption d'humidité et un envidage normal devient par conséquent
15 impossible. En conséquence, si la vitesse d'envidage est de 1.000 à 4.000 m/mn, on doit adopter un procédé dans lequel le fil refroidi est fixé à la vapeur puis est envidé, ou bien un procédé dans lequel le fil filé est enroulé par le rouleau d'enroulement puis est étiré à
20 un rapport d'étirage ne dépassant pas 2,0 entre le rouleau d'enroulement et le rouleau subséquent puis est envidé.

Si la vitesse d'envidage dépasse 4.500 m/mn, la tension d'envidage augmente et une bobine de papier ne
25 peut être retirée de la machine à envider du fait du rétrécissement du fil ou bien la lisière monte dans les parties proches des faces extrêmes de la masse du fil envidé. Cette tendance est particulièrement évidente si la vitesse d'envidage dépasse 5.000 m/mn. Dans ce cas,
30 il est nécessaire d'adopter un procédé dans lequel le fil filé est enroulé par le rouleau d'enroulement, le fil est détendu jusqu'à 10% entre le rouleau d'enroulement et le rouleau subséquent et le fil est alors envidé.

Dans le procédé de la présente invention, il est
35 préférable que la biréfringence du fil non étiré en polyhexaméthylène adipamide très orienté avant opération d'étirage soit de 20×10^{-3} à 50×10^{-3} . Si cette

biréfringence est plus faible que 20×10^{-3} , l'amélioration de la résistance à la fatigue et de la stabilité dimensionnelle de la fibre étirée est faible. Si cette biréfringence dépasse 50×10^{-3} , la manifestation de la
5 résistance est insuffisante mais cependant la méthode d'étirage peut être telle que dans la présente invention. Il est particulièrement préférable que la biréfringence ci-dessus mentionnée soit de 25×10^{-3} à 45×10^{-3} .

Pour l'étape de l'étirage d'un fil non étiré
10 ayant un denier important, comme une corde de pneumatique, on adopte habituellement une vitesse d'étirage de plusieurs centaines à plusieurs milliers de mètres par minute sur le rouleau final d'étirage. L'augmentation de la vitesse d'étirage a pour résultat une augmentation de la producti-
15 vité et récemment, la vitesse d'étirage a été élevée à un seuil de plusieurs milliers de mètres par minute en adoptant un processus de filage-étirage direct. Cependant, par suite de nos recherches, on a trouvé que lorsqu'un fil non étiré, très orienté, est étiré, les influences
20 de la vitesse d'étirage sur les propriétés physiques du fil étiré sont bien plus sérieuses que dans le cas où un fil non étiré et faiblement orienté est étiré. Afin d'obtenir la fibre de la présente invention, il est indispensable que la vitesse d'étirage ou bien du rouleau
25 final d'étirage ne dépasse pas 100 m/mn. Si la vitesse d'étirage dépasse ce seuil critique, la manifestation de la résistance et de l'allongement dans la fibre obtenue est insuffisante et la résistance à la fatigue ainsi que sa stabilité dimensionnelle sont dégradées. Il est
30 particulièrement préféré que la vitesse d'étirage ne dépasse pas 50 m/mn.

Si la vitesse d'étirage est trop faible, cela n'amène aucun défaut en rapport avec les propriétés
35 physiques de la fibre mais la productivité est extrêmement réduite. En conséquence, d'un point de vue pratique, la vitesse d'étirage doit être d'au moins 2 m/mn.

Dans la présente invention, on peut adopter soit

un étirage en une seule étape ou bien un étirage en plusieurs étapes comprenant au moins deux étapes. Récemment, dans la production de fils de haute ténacité pour les cordes de pneumatique, un étirage à plusieurs étapes a été adopté pour obtenir des fils de haute ténacité. Selon le procédé de la présente invention, un fil ayant une ténacité, une résistance à la fatigue et une stabilité dimensionnelle suffisantes, peut être obtenu par un étirage en une seule étape. Si un étirage en une seule étape est adopté, l'équipement peut être simplifié et on peut obtenir un effet d'économie d'énergie.

Comme moyen formant rouleaux d'étirage utilisé dans la présente invention, on peut mentionner une unité à rouleaux de Nelson comprenant deux paires de rouleaux positivement menés, une unité d'étirage comprenant des rouleaux positivement menés et des rouleaux libres en combinaison et une unité à rouleaux comprenant cinq à neuf rouleaux positivement menés, que l'on utilise habituellement pour des fils à fibres discontinues ou des fils monofilaments.

Un rouleau d'alimentation est de préférence agencé avant le rouleau d'étirage afin d'imposer une tension sur un fil à étirer, et il est préférable qu'une tension de moins de 5% soit appliquée au fil entre le rouleau d'alimentation et le rouleau d'étirage. Bien entendu, on peut adopter une méthode dans laquelle trois étages ou plus de rouleaux d'étirage sont agencés et une tension de moins de 5% est effectuée entre le rouleau d'étirage du premier étage et le rouleau d'étirage du second étage.

Le rouleau d'étirage du premier étage a de préférence le poli d'un miroir, et les rouleaux d'étirage du second étage et étages subséquents ont de préférence une surface ayant le poli d'un miroir ou bien une surface ayant le fini du satin ne dépassant pas 10 S. Par ailleurs, une surface polie comme un miroir et des surfaces ayant le fini du satin peuvent être agencées alternativement

sur les rouleaux d'étirage du second étage et étages subséquents. Dans le cas d'une unité à rouleaux de Nelson ou d'une unité à rouleaux comprenant des rouleaux positivement menés et des rouleaux libres en combinaison, 5 le fil est enroulé sur les rouleaux d'étirage sur 2 à 7 tours. Le nombre de tours peut être faible pour les rouleaux ayant le poli d'un miroir et le nombre de tours augmente tandis que la rugosité augmente dans les rouleaux ayant le fini du satin. Un nombre de tours 10 supérieur à 7 peut être adopté mais dans ce cas, la longueur du rouleau augmente et le processus devient économiquement désavantageux.

Habituellement, le rouleau d'étirage est maintenu à une température supérieure à la température ambiante. 15 Dans le procédé conventionnel pour étirer un fil non étiré et très orienté, comme cela est révélé dans la publication du brevet au Japon avant examen N° 58-60012, le premier rouleau d'étirage est maintenu à 80-150°C et le second rouleau d'étirage est maintenu à 160-240°C. 20 Bien entendu, dans la présente invention, ces températures peuvent être adoptées pour les rouleaux d'étirage, mais même si les rouleaux d'étirage sont maintenus à une basse température, l'étirage peut être accompli régulièrement sans aucun trouble dans la présente invention à condition 25 d'utiliser un réchauffeur du fil. Par conséquent, l'équipement peut être simplifié et on peut obtenir un effet d'économie d'énergie.

Dans un procédé préféré de la présente invention, un réchauffeur du fil est agencé entre les rouleaux 30 d'étirage pour effectuer un étirage à chaud. Le réchauffage du fil peut être soit du type à contact ou du type sans contact. Dans le cas d'un chauffage du type à contact, la température du réchauffeur est de 180 à 260°C et dans le cas d'un chauffage du type sans contact, la température 35 du réchauffeur est de 200 à 280°C. Dans le cas du chauffage du type à contact, si la température de l'organe chauffant est plus faible que 180°C, l'on ne peut accomplir un

étirage suffisant et si la température de l'organe chauffant est supérieure à 260°C, une rupture du fil est provoquée par la fusion. Dans le cas d'un chauffage du type sans contact, si la température de l'organe chauffant est plus faible que 200°C, on ne peut accomplir un étirage suffisant. Si la température du réchauffeur est supérieure à 280°C, le fil se casse par fusion. Habituellement, on utilise fréquemment une plaque chaude comme réchauffeur du fil. Dans le procédé conventionnel, la température de la plaque chaude est maintenue à 180-220°C. Par exemple, dans le procédé révélé dans la demande de brevet au Japon publiée avant examen N° 58-60012, des températures comprises entre 150 et 210°C sont adoptées. De même, dans la présente invention, des températures de 180 à 230°C dans le cas d'un chauffage du type à contact et des températures de 200 à 240°C dans le cas d'un chauffage du type sans contact peuvent être adoptées. Cependant, afin d'obtenir une fibre ayant une forte résistance et un fort allongement et une stabilité dimensionnelle supérieure, des températures plus élevées sont de préférence adoptées pour le réchauffeur du fil. En effet, il est préférable d'adopter une température de 230 à 255°C dans le cas d'un chauffage du type à contact et une température de 240 à 275°C dans le cas d'un chauffage du type sans contact. Si la température du réchauffeur du fil du type à contact est élevée, une substance goudronneuse dérivée d'un agent de finissage appliqué au fil, se dépose facilement sur le réchauffeur du fil. En conséquence, il est préférable d'adopter un chauffage du type sans contact.

Un mode de réalisation préféré du procédé de la présente invention sera maintenant décrit en se référant aux dessins joints. La figure 1 montre l'étape de filage à l'état fondu, la figure 2 montre l'étape d'étirage du processus d'étirage en une étape et la figure 3 montre l'étape d'étirage du processus d'étirage en deux étapes. Bien entendu, le cadre de la présente invention n'est pas

limité au mode de réalisation illustré sur les dessins.

En se référant à la figure 1, du polyhexaméthylène adipamide fondu est extrudé d'une filière 1 ayant de nombreux orifices fins, et on le fait passer à travers
5 une atmosphère maintenue à une température ajustée par un cylindre chauffant 2 agencé juste en dessous de la filière . Alors, l'extrudat est refroidi pour être ainsi solidifié par l'air froid soufflé à un débit constant par une chambre 3 d'air froid puis il est fixé par de la
10 vapeur 4 soufflée dans un conditionneur 5 à vapeur. Un agent de finissage est appliqué au fil formé par un rouleau d'ensimage 6. Le fil formé est enroulé par des rouleaux d'enroulement 7 et est envidé en tant que paquet de fil non étiré 9 par un bobinoir 8.

15 L'ensemble du fil non étiré ainsi bobiné 9 est introduit dans un dispositif de traitement thermique d'étirage en tant que fil de départ à utiliser à l'étape d'étirage montrée sur la figure 2. Le fil dévidé de l'ensemble du fil non étiré est amené à un rouleau d'alimen-
20 tation 10 et une tension de plusieurs % est appliquée au fil entre le rouleau d'alimentation 10 et un premier rouleau d'étirage 11. Un réchauffeur du fil 12 est agencé entre le premier rouleau d'étirage 11 et un second rouleau d'étirage 13, et le fil est étiré à la chaleur
25 entre le premier rouleau d'étirage 11 et le second rouleau d'étirage 13 et est envidé en tant que fil étiré 14.

Par ailleurs, l'ensemble du fil non étiré 9 est de même introduit dans un dispositif de traitement
30 thermique d'étirage sous la forme d'un fil de départ à utiliser à l'étape d'étirage de la figure 3. Le fil dévidé de l'ensemble du fil non étiré 9 est appliqué à un rouleau d'alimentation 10 et une tension de plusieurs % est appliquée entre le rouleau d'alimentation 10 et un
35 premier rouleau d'étirage 11. Un réchauffeur 12 du fil est agencé entre le premier rouleau d'étirage 11 et un second rouleau d'étirage 13 et un autre réchauffeur 15

du fil est agencé entre le second rouleau d'étirage 13 et le troisième rouleau d'étirage 16. Le fil est étiré en deux étapes entre les premier et second rouleaux d'étirage et entre les second et troisième rouleaux d'étirage, et le fil est envidé sous forme du fil étiré 14. Dans le mode de réalisation montré sur la figure 3, le fil peut être traité thermiquement sous un relâchement pouvant atteindre 15% entre le second rouleau d'étirage et le troisième rouleau d'étirage.

La figure 4 est une vue en coupe montrant un réchauffeur du type sans contact. Le fil est chauffé tandis qu'il passe à travers une gorge 18 du fil entourée d'un réchauffeur 17 et d'un organe thermiquement isolant 19.

La fibre de polyhexaméthylène adipamide préparée selon le procédé ci-dessus mentionné est caractérisée en ce qu'elle a (1) une viscosité relative dans l'acide formique de 50 à 150, (2) une résistance à la traction d'au moins $73,57 \times 10^{-3}$ N/d, usuellement de $73,57 \times 10^{-3}$ à 103×10^{-3} N/d, (3) un allongement intermédiaire ne dépassant pas 8%, usuellement d'environ 6% à 8%, sous un effort de 52×10^{-3} N/d, (4) une différence entre l'allongement (%) à la rupture et l'allongement intermédiaire (%) à 52×10^{-3} N/d d'au moins 6%, usuellement de 6% à environ 10% et (5) un facteur de rétrécissement ne dépassant pas 5%, habituellement de 2% à 5%, en conditions de chaleur sèche à 160°C. De préférence, la fibre est de plus caractérisée en ce que (6) sa stabilité dimensionnelle ne dépasse pas 13%, (7) son allongement est de 12 à 20%, (8) ladite perfection du cristal (CTI) est d'au moins 60%, usuellement de 60% à environ 80%, (9) le degré d'orientation cristalline est d'au moins 0,85 mais ne dépasse pas 0,92 et (10) la température de crête $T_{\max}$ de la tangente de la perte mécanique dynamique ($\tan \delta$), mesurée à une fréquence de 110 Hz répond à la formule qui suit :

$$100 \leq T_{\max} + (4(9,5 - DS)) \leq 116$$

où DS indique la résistance à la traction ($9,81 \times 10^{-3}$ N/d).

La viscosité relative dans l'acide formique est une viscosité relative mesurée à 25°C sur une solution du polymère formée en dissolvant le polymère à une concentration de 8,4% en poids dans 90% d'acide formique.

- 5 La résistance à la traction, l'allongement et l'allongement intermédiaire sont déterminés en utilisant un dispositif d'enregistrement autographique (modèle S-100 fourni par Shimazu Corp.) à une longueur du fil de 25 cm, une vitesse de chute de 30 cm/mn et une vitesse du
10 diagramme de 60 cm/mn sur un fil échantillon tordu à 80 T/m, qui a été conditionné au préalable pendant 24 heures dans une chambre maintenue à une température de 20°C et à une humidité relative de 65%. Le facteur de rétrécissement en conditions de chaleur sèche est
15 déterminé sur un fil échantillon, qui a été conditionné au préalable pendant 24 heures dans une chambre maintenue à une température de 20°C à une humidité relative de 65%, en permettant à 1,0 m du fil échantillon, en mesurant sous une charge (charge initiale) correspondant à
20 $4,9 \times 10^{-4}$ N/d du fil échantillon, de rétrécir librement pendant 30 minutes dans un four à air maintenu à 160°C, en conditionnant le fil échantillon dans la chambre ci-dessus mentionnée pendant 4 heures et en mesurant la longueur du fil échantillon sous la même charge que la
25 charge initiale.

La stabilité dimensionnelle est exprimée par la somme de l'allongement intermédiaire sous 52×10^{-3} N/d et le facteur de rétrécissement en conditions de chaleur sèche à 160°C.

- 30 Le degré d'orientation cristalline est déterminé en utilisant un rayon de $\text{CuK}\alpha$ dans un dispositif de dispersion des rayons X sur grand angle (fourni par Rigaku Denki) et on le calcule à partir de la demi-largeur H° de la distribution d'intensité le long de l'anneau de
35 Debye de l'interférence de la ligne équatoriale (1,0,0) selon la formule qui suit :

$$f_c = \frac{180^\circ - H^\circ}{180^\circ}$$

L'indice de perfection du cristal est déterminé en utilisant un rayon de $\text{CuK}\alpha$ dans un dispositif de dispersion des rayons X sur grand angle (fourni par Rigaku Denki) et on le calcule à partir des intervalles $d(100)$ et $d[(010) + (110)]$ de la face de $(1,0,0)$ et des faces de $[(0,1,0) + (1,1,0)]$ selon la formule qui suit :

$$\frac{d(100)/d[(010) + (110)] - 1}{0,189} \times 100 (\%)$$

La température T_{max} et la température de crête de la tangente à la perte mécanique dynamique ($\tan \delta$) en mesurant à une fréquence de 110 Hz et à une allure d'élévation de la température de $3^\circ\text{C}/\text{mn}$ à l'air sec en utilisant l'appareil Vibron DDV-IIC fourni par Toyo Baldwin.

Bien que la fibre de polyhexaméthylène adipamide selon l'invention ait un faible allongement sous un effort constant de $52 \times 10^{-3} \text{N/d}$ (allongement intermédiaire sous un effort de $52 \times 10^{-3} \text{N/d}$) et une forte rigidité, le facteur de rétrécissement de la fibre est faible. En conséquence, la fibre selon l'invention a une forte stabilité dimensionnelle. Par ailleurs, bien que la fibre de la présente invention ait un faible allongement intermédiaire, l'allongement à la rupture est élevé et l'énergie de rupture est importante. L'orientation cristalline de la fibre de la présente invention n'est pas sensiblement différente de celle du fil conventionnel mais l'indice de perfection du cristal de la fibre de la présente invention est élevé et la partie amorphe est lâche et facilement mobile. La température de crête T_{max} qui est un facteur indiquant la mobilité de la partie amorphe varie en étirant la fibre et par conséquent la température de crête doit être corrigée selon la résistance

à la traction afin de connaître la mobilité inhérente de la fibre. La correction est de 4°C pour $9,81 \times 10^{-3}\text{N/d}$ de résistance à la traction.

La fibre de la présente invention est excellente
5 par sa stabilité dimensionnelle, sa résistance à la fatigue, sa résistance à la traction et son allongement par rapport à un fil conventionnel obtenu en étirant un fil non étiré et filé rapidement à une vitesse de plusieurs centaines à plusieurs milliers de mètres par minute. Par
10 conséquent, la fibre est utile pour une corde de pneumatique ou une bande ou ceinture.

La présente invention sera maintenant décrite en détail en se référant aux exemples qui suivent qui ne doivent en aucun cas en limiter le cadre.

15 Les propriétés des cordes traitées ont été mesurées de la même façon que celle employée pour la mesure des propriétés des fils de départ (laquelle est décrite à la page 15) mais les cordes traitées utilisées pour la mesure de la résistance à la traction et de l'allongement
20 n'ont pas été tordues. Dans le cas de fils en filament de départ, l'allongement intermédiaire a été déterminé sous $52 \times 10^{-3}\text{N/d}$ mais dans le cas des cordes traitées, l'allongement intermédiaire a été déterminé sous $26 \times 10^{-3}\text{N/d}$. La résistance à la fatigue a été déterminée
25 par l'essai de fatigue de tube Goodyear selon la méthode 3.2.2.1A de la norme japonaise JIS L-1017 aux conditions qui suivent :

Forme du tube :

30 diamètre interne : 12,5 mm
diamètre externe : 26 mm
longueur : 230 mm

Angle de flexion : 90°

Pression interne : 3,4 bars

Nombre de tours : 850 t/mn.

35 L'essai de fatigue a été entrepris aux conditions ci-dessus et le temps requis pour la rupture a été mesuré.

EXEMPLE 1

Une solution aqueuse à 50% d'hexaméthylène diammonium adipamide a été introduite, à un débit constant de 2.000 parties par heure et concentrée à 70%,
5 dans un réservoir de concentration, et la température a été élevée de 220°C à 250°C sur une période d'une heure et demie dans le premier récipient réactionnel tout en maintenant la pression à 17,2 bars. Alors, dans le second récipient réactionnel, la pression a été ramenée à la
10 pression atmosphérique tout en élevant la température à 280°C. La vapeur a été séparée dans un séparateur gaz-liquide, et la polymérisation a été effectuée à 280°C sous 466 mbars pendant 15 minutes dans un récipient de polymérisation. Le mélange réactionnel a été guidé vers
15 une tête de filage à travers un conduit et filé dans une filière ayant 624 orifices d'un diamètre de 0,27 mm à 298°C. La viscosité relative dans l'acide formique de l'extrudat était de 65. Immédiatement, l'extrudat a été refroidi et traité avec de la vapeur et un agent d'ensimage
20 a été appliqué au fil, et le fil a été enroulé sur un rouleau d'enroulement tournant à une vitesse d'enroulement montrée au tableau 1, et envidé à la même vitesse que la vitesse d'enroulement. Ensuite, le fil non étiré a été tendu de 1% entre un rouleau d'alimentation maintenu à la
25 température ambiante et le premier rouleau d'étirage maintenu à la température ambiante et ensuite il a été étiré à un rapport d'étirage montré au tableau 1 entre le premier rouleau d'étirage et le second rouleau d'étirage maintenu à la température ambiante. Une plaque chaude
30 maintenue à 238°C et d'une longueur de 250 mm était agencée entre le premier rouleau d'étirage et le second rouleau d'étirage. La vitesse d'étirage était de 15 m/mn en tant que vitesse périphérique du second rouleau d'étirage. Le rapport d'étirage était un rapport maximum
35 d'étirage auquel il n'y a pas de rupture du fil pendant 15 minutes. Les propriétés du fil étiré obtenu sont montrées au tableau 1.

Des premières torsions de 32,0 T/10 cm ont été appliquées au fil de départ ainsi obtenu de 1890 d, et deux de ces fils tordus ont été doublés et tordus à un nombre de torsions de 32,0 T/10 cm pour former une corde grège . En utilisant un appareil "Computreater" de Ritzlar Co., la corde grège a été soumise à un traitement par immersion avec un latex de résorcinol-formaline à 160°C sous une tension de 19,62 N/corde pendant 140 secondes dans la première zone, à 230°C sous une tension de 37,3 N/corde pendant 40 secondes dans la seconde zone et à 230°C sous une tension de 25,5 N/corde pendant 40 secondes. La quantité de l'adhésif appliqué était de 4,5% . Les propriétés physiques de la corde traitée sont montrées au tableau 2.

On peut voir qu'avec une vitesse de filage supérieure à 1000 m/mn, l'indice de perfection du cristal augmente et la température de crête T_{max} baisse, et que l'on peut obtenir une excellente stabilité dimensionnelle et une excellente résistance à la fatigue. On peut également voir que plus la vitesse de filage est élevée, d'autant meilleures sont la stabilité dimensionnelle et la résistance à la fatigue.

Tableau 1

Essai N°	Vitesse de filage (m/mn)	Biréfrin- gence $\Delta n (x 10^{-3})$ du fil non étiré	Rap- port d'éti- rage	Propriétés du fil étiré		
				Résistance à la traction 10^{-3} N/d	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%) à $52 \times 10^{-3} \text{ N/d}$
1	500	9	5,8	98,1	16,5	9,0
2	1000	20	4,4	93,2	16,7	8,0
3	1500	32	3,3	91,2	16,4	7,6
4	2000	38	3,1	89,2	15,4	7,4
5	3000	42	2,5	86,3	15,3	7,4
6	4000	43	2,1	84,4	15,0	7,3
7	4500	43	2,1	82,4	14,7	7,3
8	5000	44	2,0	79,5	14,0	7,3

Tableau 1 (suite)

Essai	Propriétés du fil étiré				
	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimensionnelle (%)	Degré d'orientation cristalline	Indice de perfection du cristal (%)	T _{max} (°C)
1	6,3	15,3	91,4	61,3	119
2	5,3	13,3	90,7	67,2	114
3	4,5	12,1	91,3	71,3	111
4	4,4	11,8	91,0	73,7	110
5	4,2	11,6	91,2	73,8	108
6	4,0	11,3	90,2	73,6	107
7	3,8	11,1	89,8	73,3	108
8	3,8	11,1	88,1	73,9	106

Tableau 2

Essai	Propriétés de la corde traitée						
	N°	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allonge- ment intermé- diaire (%)	Facteur de rétrécisse- ment (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimension- nelle (%)	Durée de vie à la fatigue GY (minutes)
	1	80,4	21,4	8,8	4,7	13,5	480
	2	79,5	20,0	8,5	4,0	12,5	750
	3	78,5	20,0	8,4	3,5	11,9	980
	4	77,5	19,7	8,3	3,3	11,6	1350
	5	76,5	19,7	8,2	3,1	11,3	1590
	6	74,5	19,5	8,0	3,1	11,1	1610
	7	73,6	19,0	8,0	3,0	11,0	1460
	8	70,6	18,5	8,0	2,8	10,8	1490

EXEMPLE 2

On a préparé un fil non étiré de la même façon que décrit à l'exemple 1 à l'exception que la vitesse de filage a été modifiée à 1.500 m/mn ou 3.000 m/mn , et que le fil non étiré a été étiré selon la méthode d'étirage décrite à l'exemple 1 à une vitesse d'étirage montrée aux tableaux 3 et 4. Une corde traitée a été préparée à partir du fil étiré ainsi obtenu de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1. Les résultats sont montrés aux tableaux 3 à 6.

On peut voir que si la vitesse d'étirage dépasse 100 m/mn, l'indice de perfection du cristal, la résistance à la traction , l'allongement, la stabilité dimensionnelle et la résistance à la fatigue diminuent.

EXEMPLE DE COMPARAISON N°1

Un fil non étiré a été préparé de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1 à l'exception que la vitesse de filage a été modifiée à 1.500 m/mn ou 3.000 m/mn. Le fil non étiré a été enroulé sur le premier rouleau de Nelson et ensuite guidé vers les second à quatrième rouleaux de Nelson où la vitesse de rotation périphérique augmentait graduellement, de façon à effectuer une fixation à l'étirage à chaud en trois stades. Le fil étiré résultant a été envidé à une vitesse de 1.500 m/mn. Les premier à quatrième rouleaux de Nelson se composaient de paires de rouleaux de Goddet G1 à G4 respectivement. Les paires de rouleaux de Goddet G1 à G4 étaient maintenues à la température ambiante, à 80°C, à 220°C et à 230°C, respectivement. Le rapport des vitesses périphériques G2/G1 entre les paires de rouleaux de Goddet G2 et G1 était de 1,01, le rapport des vitesses périphériques G3/G2 entre les paires de rouleaux de Goddet G3 et G2 était variable, le rapport des vitesses périphériques G4/G3 entre les paires de rouleaux de Goddet G4 et G3 était de 1,6 et le rapport de la vitesse d'envidage à la vitesse périphérique de la paire de rouleaux de Goddet G4 était de 0,95. Le fil étiré a été traité de la

même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1 pour obtenir une corde traitée. Les résultats sont montrés aux tableaux 3 à 6.

- 5 On peut voir que l'indice de perfection du cristal, la résistance à la traction, la stabilité dimensionnelle et la résistance à la fatigue sont plus faibles que ceux obtenus à l'exemple 2.

Tableau 3

Essai N°	Vitesse de filage (m/mn)	Vitesse d'étirage (m/mn)	Rapport d'étirage	Propriétés du fil étiré		
				Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)
9	1500	10	3,3	91,2	16,6	7,5
10	1500	20	3,3	91,2	16,4	7,6
11	1500	30	3,3	91,2	16,3	7,6
12	1500	50	3,3	90,2	16,0	7,7
13	1500	100	3,25	88,3	15,7	7,8
14	1500	500	3,20	85,3	14,3	7,9
Compa- raison 1	1500	1500	3,20	88,3	14,0	8,3

Tableau 3 (suite)

Essai N°	Propriétés du fil étiré				
	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimensionnelle (%)	Degré d'orientation talline	Indice de perfection du cristal (%)	T _{max} (°C)
9	4,3	11,8	91,4	72,5	110
10	4,4	12,0	91,2	71,0	111
11	4,4	12,0	90,8	70,8	110
12	4,6	12,3	91,0	68,6	111
13	5,0	12,8	90,7	61,4	112
14	5,7	13,6	89,3	50,6	113
Comparaison 1	5,2	13,5	89,8	51,7	113

Tableau 4

Essai N°	Vitesse de filage (m/mn)	Vitesse d'étirage (m/mn)	Rapport d'étirage	Propriétés du fil étiré		
				Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)
15	3000	10	2,5	86,3	15,8	7,4
16	3000	20	2,5	86,3	15,4	7,4
17	3000	30	2,5	85,3	15,3	7,4
18	3000	50	2,45	84,4	15,0	7,6
19	3000	100	2,4	82,4	14,7	7,8
20	3000	500	2,3	81,4	13,9	8,0
Compa- raison 2	3000	1500	2,3	82,4	14,0	8,6

Tableau 4 (suite)

Essai N°	Propriétés du fil étiré				
	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimensionnelle (%)	Degré d'orientation cristalline	Indice de perfection cristalline (%)	T _{max} (°C)
15	3,9	11,3	91,4	73,4	107
16	4,2	11,6	91,2	73,5	108
17	4,3	11,7	90,9	72,4	108
18	4,3	11,9	90,7	69,2	107
19	4,6	12,4	90,8	62,7	107
20	5,3	13,3	88,9	52,5	107
Comparaison 2	4,7	13,3	89,6	54,3	108

Tableau 5

Essai N°	Propriétés de la corde traitée					Durée de vie à la fatigue GY (minutes)
	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimen- sionnelle (%)	
9	78,5	20,6	8,4	3,1	11,5	1010
10	78,5	20,0	8,3	3,5	11,8	998
11	78,5	20,1	8,3	3,4	11,7	980
12	77,5	19,8	8,4	3,5	11,9	950
13	75,5	19,7	8,5	3,7	12,2	880
14	73,6	19,0	8,6	4,1	12,7	760
Compa- raison 1	74,5	18,4	8,6	4,0	12,6	770

Tableau 6

Essai N°	Propriétés de la corde traitée					Durée de vie à la fatigue GY (minutes)
	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimen- sionnelle (%)	
15	76,5	20,2	8,2	2,9	11,1	1750
16	76,5	19,8	8,1	3,1	11,2	1500
17	76,5	19,8	8,1	3,2	11,3	1420
18	75,5	19,6	8,2	3,2	11,4	1320
19	73,6	19,4	8,3	3,4	11,7	1100
20	71,6	18,5	8,6	3,8	12,4	920
Comparai- son 2	73,6	18,0	8,6	3,5	12,1	950

EXEMPLE 3

Le fil non étiré obtenu à une vitesse de filage de 1.500 m/mn, utilisé à l'exemple 2, a été étiré de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1 à l'exception
5 que la température du réchauffeur a été modifiée comme indiqué au tableau 7. On a préparé une corde traitée avec le fil étiré résultant de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1. Les résultats sont montrés au
tableau 8.

10 On peut voir qu'en élevant la température d'étirage, on améliore l'aptitude à l'étirage ainsi que l'indice de perfection du cristal et la stabilité dimensionnelle.

Tableau 7

Essai N°	Température du réchauf- feur (°C)	Rapport d'éti- rage	Propriétés du fil étiré		
			Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allongement (%)	Allongement intermédiaire (%)
21	180	3,0	81,4	16,7	8,0
22	200	3,1	83,4	16,3	7,8
23	220	3,2	87,3	16,3	7,7
24	230	3,3	91,2	16,4	7,6
25	240	3,3	91,2	16,6	7,6
26	250	3,4	92,2	16,0	7,5
27	255	3,4	93,2	16,0	7,3
28	258	3,3	90,2	16,2	7,6

Tableau 7 (suite)

Essai N°	Propriétés du fil étiré				
	Facteur de rétrécisse- ment (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimension- nelle (%)	Degré d'orien- tation cristalline	Indice de per- fection du cristal (%)	T _{max} (°C)
21	5,0	13,0	88,8	61,5	108
22	4,7	12,5	89,4	63,3	109
23	4,5	12,2	90,4	68,7	110
24	4,5	12,1	91,2	70,4	111
25	4,4	12,0	91,3	71,5	111
26	4,3	11,8	91,8	73,3	110
27	4,3	11,6	91,8	74,7	110
28	4,1	11,7	90,4	75,4	109

Tableau 8

Essai N°	Propriétés de la corde traitée					Durée de vie à la fatigue GY (minutes)
	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimen- sionnelle (%)	
21	72,6	20,3	8,5	3,7	12,2	930
22	73,6	20,5	8,5	3,6	12,1	910
23	75,5	20,0	8,4	3,6	12,0	970
24	78,5	19,8	8,3	3,5	11,8	995
25	78,5	20,0	8,3	3,5	11,8	980
26	79,5	19,9	8,1	3,4	11,5	1000
27	80,4	20,0	7,9	3,3	11,2	960
28	78,5	20,1	8,3	3,1	11,4	890

EXEMPLE 4

Le fil non étiré obtenu à une vitesse de filage de 1.500 m/mn, utilisé à l'exemple 2, a été étiré selon la méthode d'étirage décrite à l'exemple 1. Un réchauffeur 17, ayant une gorge 18 du fil formée à sa surface, et thermiquement isolé par un organe d'isolement thermique 19 l'entourant, comme le montre la figure 4, était agencé entre les premier et second rouleaux d'étirage. La longueur du réchauffeur était de 500 mm et le fil se déplaçait à travers la gorge du fil dans le réchauffeur de façon que le fil ne soit pas en contact avec le réchauffeur. La température du réchauffeur était ajustée comme le montre le tableau 9. Une corde traitée a été préparée avec le fil étiré résultant de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1. Les résultats sont montrés au tableau 10.

On peut voir que dans le cas d'un chauffage du type sans contact, la température a pu être élevée et l'aptitude à l'étirage était meilleure en comparaison du chauffage du type avec contact.

Tableau 9

Essai N°	Température du réchauf- feur (°C)	Rapport d'éti- rage	Propriétés du fil étiré		
			Résistance à la traction (10 ⁻³ N/d)	Allongement (%)	Allongement intermédiaire (%)
29	200	3,1	84,4	16,3	7,7
30	220	3,2	88,3	16,2	7,5
31	240	3,3	91,2	15,8	7,3
32	250	3,4	92,2	14,6	7,1
33	260	3,4	93,2	14,9	7,0
34	270	3,5	96,1	14,0	6,7
35	275	3,5	95,2	13,9	6,8
36	280	3,4	93,2	13,8	6,9

Tableau 9 (suite)

Essai N°	Propriétés du fil étiré				
	Facteur de rétrécisse- ment (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimension- nelle (%)	Degré d'orien- tation cristalline	Indice de per- fection du cristal (%)	T _{max} (°C)
29	4,8	12,5	89,3	60,5	109
30	4,6	12,1	90,4	65,8	111
31	4,5	11,8	91,2	70,6	111
32	4,5	11,6	91,0	70,5	111
33	4,3	11,3	91,4	71,8	111
34	4,3	11,0	91,8	73,9	110
35	4,2	11,0	91,8	75,5	109
36	3,9	10,8	90,9	75,8	108

Tableau 10

Essai N°	Propriétés de la corde traitée					Durée de vie à la fatigue GY (minutes)
	Résistance à la traction (10 ⁻³ N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimen- sionnelle (%)	
29	74,6	20,3	8,5	3,6	12,1	900
30	76,5	20,0	8,4	3,6	12,0	965
31	78,5	19,8	8,1	3,6	11,7	950
32	78,5	19,0	8,0	3,5	11,5	970
33	80,4	19,1	7,8	3,4	11,2	870
34	82,4	18,9	7,6	3,4	11,0	900
35	80,4	18,5	7,6	3,2	10,8	850
36	78,5	18,9	7,8	3,0	10,8	880

EXEMPLE 5

On a fait fondre un morceau mince de polyhexa-
méthylène adipamide ayant une viscosité relative dans
l'acide formique indiquée au tableau 11, dans une
5 extrudeuse, et le produit fondu a été filé dans une
filière ayant 624 orifices d'un diamètre de 0,25 mm à
305°C. On a fait passer le fil filé à travers un cylindre
chauffant, chauffé à 350°C et d'une longueur de 150 mm,
et ensuite on l'a refroidi et on l'a traité à la vapeur.
10 Alors, un agent d'ensimage a été appliqué au fil, et le
fil a été enroulé sur un rouleau d'enroulement tournant
à une vitesse de 1.400 m/mn puis a été envidé à la même
vitesse que la vitesse d'enroulement. Alors, le fil non
étiré a été tendu de 1% entre un rouleau d'alimentation
15 maintenu à la température ambiante et le premier rouleau
d'étirage maintenu à 105°C, et le fil a été étiré à un
rapport d'étirage montré au tableau 11 entre le premier
rouleau d'étirage et le second rouleau d'étirage maintenu
à 220°C. Un réchauffeur à plaque chaude du type à contact,
20 maintenu à 240°C et d'une longueur de 250 mm était agencé
entre les premier et second rouleaux d'étirage. La
vitesse d'étirage était de 12 m/mn. Les propriétés du
fil étiré obtenu sont montrées au tableau 11. Une corde
traitée a été préparée avec le fil étiré ainsi obtenu
25 de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1. Les
résultats sont montrés au tableau 12.

On peut voir que la résistance à la fatigue
était améliorée avec une augmentation de la viscosité
et que la résistance à la traction obtenue était
30 sensiblement saturée à une viscosité relative dans
l'acide formique de 80 à 90.

Tableau 11

Essai N°	Propriétés du fil étiré			
	Viscosité relative dans l'acide formique	Rapport d'étirage	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allongement (%) Allongement intermédiaire (%)
37	50	3,4	89,3	15,9 7,2
38	60	3,3	90,3	16,2 7,4
39	70	3,3	92,2	16,6 7,6
40	80	3,3	93,2	16,6 7,6
41	90	3,2	91,2	16,8 7,7
42	100	3,0	85,3	17,0 8,0

Tableau 11 (suite)

Essai N°	Propriétés du fil étiré				
	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimensionnelle (%)	Degré d'orientation cristalline	Indice de perfection du cristal (%)	T _{max} (°C)
37	4,2	11,4	91,2	73,9	111
38	4,4	11,8	91,1	71,8	112
39	4,6	12,2	91,3	71,0	111
40	4,6	12,2	91,6	68,9	112
41	4,7	12,4	91,0	67,8	111
42	4,6	12,6	88,9	65,6	109

Tableau 12

Essai N°	Propriétés de la corde traitée					Durée de vie à la fatigue GY (minutes)
	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimen- sionnelle (%)	
37	76,5	18,5	8,1	3,3	11,4	490
38	77,5	20,0	8,3	3,4	11,7	880
39	78,5	20,3	8,4	3,6	12,0	1310
40	79,5	20,2	8,4	3,7	12,1	1930
41	78,5	20,5	8,5	3,8	12,3	2450
42	75,5	21,5	8,9	3,8	12,7	2230

EXEMPLE DE COMPARAISON N°2

- Le fil non étiré préparé à l'exemple 5 a été enroulé par le premier rouleau de Nelson et ensuite guidé vers les second à quatrième rouleaux de Nelson où la vitesse périphérique de rotation augmentait graduellement afin que la fixation du fil étiré à la chaleur soit accomplie en trois stades. Le fil a été envidé à une vitesse de 1.500 m/mn. Les premier à quatrième rouleaux de Nelson se composaient de paires de rouleaux de Goddet G1 à G4 respectivement . Les paires de rouleaux de Goddet G1 à G4 étaient maintenues à la température ambiante, à 80°C, à 220°C et à 230°C, respectivement. Le rapport des vitesses périphériques G2/G1 entre les paires de rouleaux de Goddet G2 et G1 était de 1,01, le rapport des vitesses périphériques G3/G2 entre les paires de rouleaux de Goddet G3 et G2 était variable, le rapport des vitesses périphériques G4/G3 entre les paires de rouleaux de Goddet G4 et G3 était de 1,6 et le rapport de la vitesse d'envidage à la vitesse périphérique de la paire de rouleaux de Goddet G4 était de 0,95. Le fil étiré obtenu a été traité de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1 pour obtenir une corde traitée. Les résultats sont montrés aux tableaux 13 et 14.
- On peut voir que la résistance à la traction, l'indice de perfection du cristal, la stabilité dimensionnelle et la résistance à la fatigue sont plus faibles que ceux obtenus à l'exemple 5.

Tableau 13

Essai N°	Propriétés du fil étiré			
	Viscosité relative dans l'acide formique	Rapport d'étirage	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allongement (%) Allongement intermédiaire (%)
Compa- raison 3	50	3,3	85,3	13,5 8,0
Compa- raison 4	60	3,2	86,3	13,6 8,2
Compa- raison 5	70	3,2	88,3	13,8 8,4
Compa- raison 6	80	3,1	87,3	14,0 8,5
Compa- raison 7	90	3,1	87,3	13,9 8,5
Compa- raison 8	100	2,8	80,4	14,5 8,9

Tableau 13 (suite)

Propriétés du fil étiré						
Essai	N°	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimensionnelle (%)	Degré d'orientation cristalline	Indice de perfection du cristal (%)	T _{max} (°C)
Compara- raison 3		5,0	13,0	89,5	58,8	113
Compa- raison 4		5,1	13,3	89,3	55,8	113
Compa- raison 5		5,3	13,7	89,9	52,1	113
Compa- raison 6		5,3	13,8	90,3	50,9	113
Compa- raison 7		5,5	14,0	90,7	49,7	112
Compa- raison 8		5,5	14,4	87,9	43,8	109

Tableau 14

Essai N°	Propriétés de la corde traitée					Durée de vie à la fatigue GY (minutes)
	Résistance à la traction (10^{-3} N/d)	Allonge- ment (%)	Allongement intermédiaire (%)	Facteur de rétrécissement (%) en conditions de chaleur sèche	Stabilité dimen- sionnelle (%)	
Compa- raison 3	72,6	18,0	8,2	3,8	12,0	360
Compa- raison 4	73,6	18,3	8,5	3,9	12,4	700
Compa- raison 5	74,6	18,5	8,6	4,1	12,7	980
Compa- raison 6	74,6	18,8	8,6	4,7	13,3	1260
Compa-r raison 7	73,6	18,8	8,8	5,0	13,8	1510
Compa- raison 8	68,7	18,5	8,8	5,2	14,0	1430

EXEMPLE 6

Le fil non étiré utilisé à l'exemple 3 a été tendu de 1% entre un rouleau d'alimentation maintenu à la température ambiante et le premier rouleau d'étirage maintenu à 90°C et a été étiré à un rapport d'étirage de 2,0 entre le premier rouleau d'étirage et le second rouleau d'étirage maintenu à 200°C. Alors, le fil étiré a été encore étiré à un rapport d'étirage de 1,6 entre le second rouleau d'étirage et le troisième rouleau d'étirage maintenu à 200°C puis envidé. Un réchauffeur à plaque chaude du type à contact maintenu à 235°C et d'une longueur de 250 mm était agencé entre les premier et second rouleaux d'étirage et un réchauffeur à plaque chaude du type à contact maintenu à 245°C et d'une longueur de 250 mm était agencé entre les second et troisième rouleaux d'étirage. La vitesse d'étirage était de 20 m/mn. Le fil étiré obtenu avait une résistance à la traction de $92,2 \times 10^{-3}$ N/d, un allongement de 16,0%, un allongement intermédiaire de 7,5%, un facteur de rétrécissement de 4,4% en conditions de chaleur sèche et une stabilité dimensionnelle de 11,1%. Le fil étiré a été traité par immersion de la même façon qu'on l'a décrit à l'exemple 1 pour obtenir une corde traitée ayant une résistance à la traction de $78,5 \times 10^{-3}$ N/d, un allongement de 20,2%, un allongement intermédiaire de 8,2%, un facteur de rétrécissement de 3,5% en conditions de chaleur sèche, une stabilité dimensionnelle de 11,7% et une durée de vie à la fatigue GY de 980 minutes.

R E V E N D I C A T I O N S

1.- Fibre de polyhexaméthylène adipamide de haute ténacité ayant une viscosité relative dans l'acide formique de 50 à 150 et une résistance à la traction
 5 d'au moins $73,57 \times 10^{-3}$ N/d, ladite fibre étant caractérisée en ce qu'elle a (1) un allongement intermédiaire ne dépassant pas 8% sous un effort de 52×10^{-3} N/d, (2) une différence entre l'allongement (%) à la rupture et
 10 l'allongement intermédiaire (%) à 52×10^{-3} N/d d'au moins 6% et (3) un facteur de rétrécissement ne dépassant pas 5% en conditions de chaleur sèche à 160°C.

2.- Fibre selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'allongement est compris entre 12 et 20%.

3.- Fibre selon l'une quelconque des revendications
 15 1 ou 2, caractérisée en ce que la viscosité relative dans l'acide formique est comprise entre 60 et 100.

4.- Fibre selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée de plus en ce qu'elle a un
 indice de perfection du cristal d'au moins 60%.

20 5.- Fibre selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle a de plus un degré d'orientation cristalline d'au moins 0,85 mais ne dépassant pas 0,92.

6.- Fibre selon l'une quelconque des revendications
 25 précédentes, caractérisée de plus en ce qu'elle a une température de crête T_{max} de la tangente à la perte mécanique dynamique ($\tan \delta$), en mesurant à une fréquence de 110 Hz, qui satisfait à la condition de la formule qui suit :

30
$$100 \leq T_{max} + 4(9,5 - DS) \leq 116$$

où DS indique la résistance à la traction ($9,81 \times 10^{-3}$ N/d).

7.- Procédé de préparation d'une fibre de polyhexaméthylène adipamide, caractérisé en ce qu'il
 35 consiste à faire fondre du polyhexaméthylène adipamide

ayant une viscosité relative dans l'acide formique de 50 à 150, à extruder le produit fondu dans une filière (1), à refroidir (en 3) l'extrudat pour ainsi le solidifier, à envider (en 8) le fil en filament résultant à une
5 vitesse d'enroulement de 1.000 à 6.000 m/mn puis à étirer à la chaleur (en 11 et 13) le fil en filament à une vitesse d'étirage ne dépassant pas 100 m/mn.

8.- Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la viscosité relative dans l'acide formique du
10 polyhexaméthylène adipamide est comprise entre 60 et 100.

9.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que l'étirage à chaud est accompli en effectuant un chauffage avec contact du fil en filament dans un dispositif d'étirage comprenant
15 un réchauffeur du fil avec contact (12) agencé entre les premier et second rouleaux d'étirage.

10.- Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le réchauffeur du fil est maintenu à une température de 180 à 260°C.

20 11.- Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le réchauffeur du fil est maintenu à une température comprise entre 230 et 255°C.

12.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que l'étirage
25 à chaud est accompli en effectuant un chauffage du type sans contact du fil en filament dans un dispositif d'étirage comprenant un réchauffeur (17) du fil agencé entre les premier et second rouleaux d'étirage.

30 13.- Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le réchauffeur du fil est maintenu à une température de 200 à 280°C.

14.- Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le réchauffeur du fil est maintenu à une température de 240 à 275°C.

35 15.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que l'étirage à chaud est accompli en effectuant un chauffage du type

avec contact du fil en filament dans un dispositif d'étirage comprenant au moins deux réchauffeurs du fil avec contact agencés parmi les premier, second, troisième et rouleaux d'étirage subséquents.

5 16.- Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que les réchauffeurs du fil sont maintenus à une température de 180 à 260°C.

10 17.- Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que les réchauffeurs du fil sont maintenus à une température de 230 à 255°C.

15 18.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que l'étirage à chaud est accompli en effectuant un chauffage du type sans contact du fil en filament dans un dispositif d'étirage comprenant au moins deux réchauffeurs du fil agencés parmi les premier, second, troisième et rouleaux subséquents d'étirage.

20 19.- Procédé selon la revendication 18, caractérisé en ce que les réchauffeurs du fil sont maintenus à une température de 200 à 280°C.

 20.- Procédé selon la revendication 18, caractérisé en ce que les réchauffeurs du fil sont maintenus à une température de 240 à 275°C.

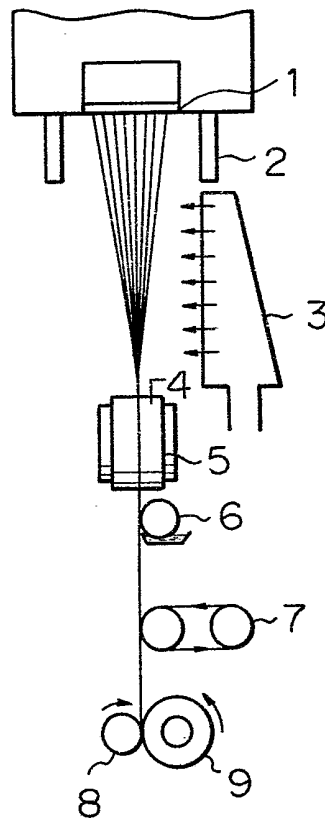
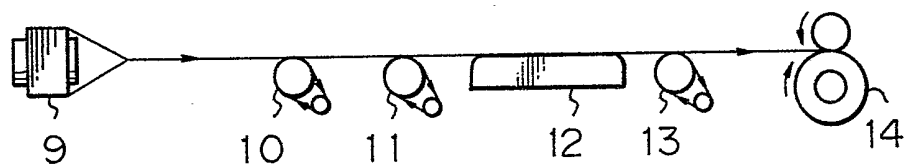
Fig. 1*Fig. 2*

Fig. 3

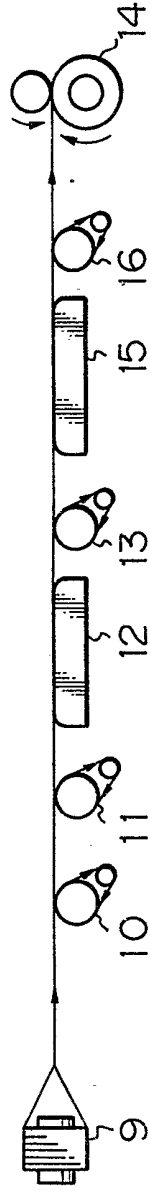


Fig. 4

