



CH 687 207 A5

19



CONFÉDÉRATION SUISSE

INSTITUT FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

11 CH 687 207 A5

51 Int. Cl.<sup>6</sup>: D 01 D 005/16  
D 01 F 006/62  
D 02 J 001/22

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

## 12 FASCICULE DU BREVET A5

21 Numéro de la demande: 00813/91

22 Date de dépôt: 18.03.1991

30 Priorité: 26.03.1990 US A499147  
22.02.1991 US A659544

24 Brevet délivré le: 15.10.1996

45 Fascicule du brevet  
publiée le: 15.10.1996

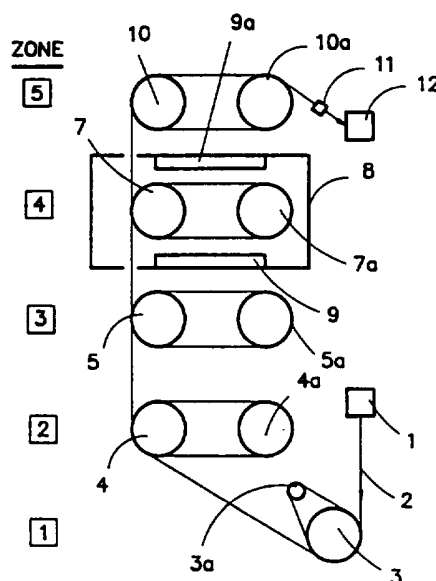
73 Titulaire(s):  
Allied-Signal Inc.,  
Columbia Road and Park Avenue P.O. Box 2245R,  
Morristown/NJ (US)

72 Inventeur(s):  
Neal, James Gordon, Raleigh/NC (US)

74 Mandataire:  
Novapat - Cabinet Chereau S.A., 9, rue du Valais,  
1202 Genève (CH)

## 54 Fabrication d'une fibre en polyester.

57 Dans un procédé en continu pour la fabrication d'un fil de polyester à résistance mécanique élevée, présentant un faible rétrécissement amélioré, le perfectionnement comprend les étapes consistant à maintenir le fil en mouvement autour d'une paire de rouleaux d'étirage chauffés (7, 7a) pendant une durée d'au moins 0,25 seconde, à maintenir la température de l'air dans la zone entourant le fil en mouvement pendant ladite durée à une température d'au moins 220°C, les rouleaux d'étirage ayant chacun une température superficielle d'au moins 220°C et une partie importante de leur surface ayant une valeur de la rugosité d'au moins 1,27 µm (50 micro-pouces), d'où il résulte que le fil est suffisamment chauffé pour obtenir une relaxation importante entre les rouleaux d'étirage chauffés et le système de rouleaux de relaxation (10, 10a), d'où l'obtention d'un faible rétrécissement amélioré. Un fil industriel en téréphtalate de polyéthylène présentant une viscosité intrinsèque d'au moins 0,78, un rétrécissement DIN<sub>177</sub> en chaleur sèche inférieur à 2,0%, un rétrécissement DIN<sub>200</sub> en chaleur sèche inférieur à 4,5% et une ténacité d'au moins 7,2 grammes par denier fait partie de la présente invention.



CH 687 207 A5

## Description

La présente invention concerne un procédé perfectionné pour la fabrication en continu d'un fil en polyester perfectionné présentant un faible rétrécissement et une ténacité élevée et le fil en polyester perfectionné en soi. Le procédé en continu est un perfectionnement d'un procédé couplé de filage d'un polymère à l'état fondu qu'on fait suivre d'un étirage, d'un traitement thermique, d'une relaxation et d'un bobinage.

On sait préparer des fils industriels en polyester ayant un rétrécissement quelque peu faible avec un procédé en continu impliquant le filage, l'étirage à chaud, la relaxation à chaud et le bobinage de fil de manière à former une bobine dans un procédé couplé. En réglant les conditions de la relaxation, il s'est avéré possible d'ajuster les propriétés du fil obtenu, mais dans une certaine limite seulement. En augmentant le degré de la suralimentation pendant la relaxation, il a été possible d'obtenir un fil ayant un rétrécissement résiduel plus faible, mais cela a été accompagné d'une diminution importante et fâcheuse de la ténacité et du module. Une diminution du rétrécissement résiduel sans réduction importante de la ténacité s'est longtemps montrée souhaitable, comme cela est indiqué dans les brevets des Etats-Unis d'Amérique n° 4 251 481 et n° 4 349 501, ce qui confirme la difficulté rencontrée dans la technique antérieure pour obtenir des fils industriels en polyester présentant un rétrécissement faible sans sacrifier la résistance mécanique par un procédé couplé de filage, étirage, relaxation et bobinage dans un fonctionnement en continu.

On a pu obtenir des fils industriels en polyester ayant une meilleure combinaison de la ténacité et d'un faible rétrécissement par un procédé fractionné, c'est-à-dire par le vieux procédé à deux stades consistant à tout d'abord filer et enrouler le fil pour former une bobine, puis à l'étirer et le relaxer dans une opération séparée. Ce procédé fractionné n'est pas très économique et on préfère un procédé en continu.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 070 432 décrit un procédé en continu pour la fabrication de fibres en polyester ayant un faible rétrécissement qui comprend l'étirage, puis le traitement thermique des filaments étirés sur un système de rouleaux chauffés, ce qui se traduit par un meilleur rétrécissement à la chaleur.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 529 655 décrit un fil entrelacé en polyester ayant une meilleure combinaison d'un faible rétrécissement et d'une haute ténacité qu'on produit par un procédé en continu comportant une étape de chauffage du fil et d'une suralimentation de celui-ci afin de réduire son rétrécissement tout en l'entrelaçant avec de l'air chauffé (température de 90 à 200°C) pour obtenir de la cohérence, puis en enroulant le fil pour former une bobine. Le fil obtenu présente dans un exemple un rétrécissement dans la chaleur sèche (mesuré à 177°C) de 3,1% et un rétrécissement dans la chaleur sèche (mesuré à 140°C) de 1,4%. Bien qu'offrant un certain perfectionnement, il existe des applications pour une fibre industrielle en polyester, par exemple une fibre de renforcement pour les matériaux de toiture, qui nécessitent un rétrécissement sensiblement plus faible à des températures plus élevées.

La présente invention concerne un procédé pour la production en continu d'un fil de polyester tel que défini dans la revendication 1 et un fil industriel en téréphtalate de polyéthylène tel que défini dans la revendication 8.

La présente invention sera bien comprise lors de la description suivante faite en liaison avec les dessins ci-joints dans lesquels:

La fig. 1 est une vue schématique avant du panneau d'étirage pour la pratique du procédé de la présente invention.

La fig. 2 est une vue avant schématique d'une variante de panneau avec un dispositif de localisation du point d'étirage pour la pratique du procédé de la présente invention.

En liaison avec la fig. 1, un fil 2 à filaments multiples est filé à partir d'un polymère fondu et refroidi par l'application de procédés connus tels que ceux divulgués dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 251 481 qu'on incorpore ici à titre de référence. Ces étapes connues de filage et de refroidissement sont représentées par le bloc ayant pour référence 1 dans la fig. 1. Le fil 2 est continuellement introduit de façon à s'enrouler autour d'un rouleau non chauffé de pré-tension 3, un rouleau 3a formant séparateur (zone 1), puis sur une paire de rouleaux d'alimentation chauffés 4, 4a (zone 2). A partir des rouleaux d'alimentation 4, 4a, le filé passe sur une première paire de rouleaux d'étirage chauffés 5 et 5a (zone 3). L'extrémité du fil passe alors autour de rouleaux chauffés d'étirage/relaxation 7 et 7a (zone 4) qui sont contenus dans une enceinte 8. La fonction de l'enceinte 8 est de maintenir l'air intérieur en contact avec le fil en mouvement à une température d'au moins 200°C, de préférence d'au moins 220°C. La température en surface des rouleaux 7 et 7a doit être réglée à une valeur d'au moins 200°C, de préférence d'au moins 220°C. Dans ce but, on peut utiliser des plaques chauffées 9 et 9a pour apporter de la chaleur supplémentaire à l'enceinte si cela est nécessaire. L'extrémité du fil passe alors des rouleaux 7, 7a d'étirage/relaxation à des rouleaux de relaxation 10, 10a (zone 5), puis par l'intermédiaire d'un jet classique de compactage 11 à un moyen classique de bobinage 12.

La fig. 2 représente une variante du procédé dans laquelle l'extrémité 2 du fil est transmise à partir

des rouleaux d'alimentation non chauffés 4, 4a, par l'intermédiaire d'un jet 6 classique de localisation du point d'étirage, fournissant de préférence de la vapeur à une température d'environ 320°C à 550°C, par exemple, d'environ 520°C, et à une pression d'environ 0,5 à 0,8 MPa, aux rouleaux chauffés d'étirage/relaxation 7, 7a.

5 Un aspect important qu'on préfère pour la présente invention est l'utilisation de rouleaux 7, 7a d'étirage/relaxation ayant une rugosité superficielle d'environ au moins 1,27  $\mu\text{m}$  (50 micro-pouces), ce qui permet l'obtention d'un certain degré de relaxation pendant le séjour du fil sur ces rouleaux à l'intérieur de l'enceinte chauffée. La valeur ( $R_a$ ) de la rugosité superficielle pour les rouleaux d'étirage/relaxation doit être au moins de 1,27  $\mu\text{m}$  (50 micro-pouces), de préférence entre 1,27 et 2,29  $\mu\text{m}$  (entre 50 et 90 micro-pouces). On mesure les valeurs de la rugosité avec le modèle 14 du type VE de l'appareil dit Bendi-  
10 Profilometer. On préfère que les rouleaux de relaxation 10 et 10a, les rouleaux d'alimentation 4 et 4a et les rouleaux d'étirage 5 et 5a aient une valeur  $R_a$  de 0,89 à 2,03  $\mu\text{m}$  (35 à 30 micro-pouces). Les rouleaux préférés d'étirage/relaxation sont des rouleaux en chrome mat, des rouleaux revêtus tels que des rouleaux revêtus en oxyde projeté par flamme (c'est-à-dire LA-7), et les rouleaux à zébrure donnés  
15 à titre d'exemple dans l'exemple 3 ci-dessous qui comprennent des bandes importantes de fini chromé mat à l'arrière du rouleau (par rapport à sa position sur le panneau d'étirage) et à l'avant du rouleau une bande de chrome brillant entre les surfaces mates.

S'agissant des températures auxquelles on maintient les divers rouleaux, l'objectif principal est d'obtenir une température du fil à l'intérieur de l'enceinte chauffée 8 aussi élevée que possible sans 2 qu'il y ait fusion du fil ou collage du fil aux rouleaux. On préfère que le fil soit maintenu à l'intérieur de l'en-  
20 ceinte 8 sur les rouleaux 7, 7a d'étirage/relaxation pendant un temps de séjour d'au moins 0,25 seconde, mieux encore de 0,25 à 0,5 seconde.

On peut fabriquer des fils comparables à celui de la technique antérieure avec le procédé de la présente invention, avec une relaxation entre les rouleaux d'étirage/relaxation et les rouleaux de relaxation de, par exemple, environ 10%. On peut fabriquer les fils préférés de la présente invention avec un rétrécissement en chaleur sèche DIN<sub>177</sub> inférieur à 2,0% et un rétrécissement en chaleur sèche DIN<sub>200</sub> inférieur à 4,5% avec une relaxation d'au moins 12%, de préférence d'au moins 13%. On exprime la relaxation comme la diminution en pourcent de la longueur entre les rouleaux d'étirage/relaxation et le dispositif de bobinage.

30 Le filé en polyester de la présente invention contient au moins 90 moles% de téréphtalate de polyéthylène (PET). Dans un mode de réalisation ayant la préférence, le polyester est constitué sensiblement entièrement de téréphtalate de polyéthylène. En variante, le polyester peut incorporer à titre de motifs de copolymère des quantités mineures de motifs provenant d'un ou de plusieurs ingrédients de formation d'ester autres que l'éthylène glycol et l'acide téréphtalique ou ses dérivés. Des exemples donnés à titre d'illustration d'autres ingrédients de formation d'ester qui peuvent être copolymérisés avec  
35 les motifs de téréphtalate de polyéthylène comprennent les glycols, tels que le diéthylène glycol, le triméthylène glycol, le tétraméthylène glycol, l'hexaméthylène glycol, etc., et les acides dicarboxyliques tels que l'acide isophtalique, l'acide hexahydrotéréphtalique, l'acide bibenzoïque, l'acide adipique, l'acide sébacique, l'acide azélaïque.

40 Le filé à filaments multiples de la présente invention possède généralement un denier par filament d'environ 1 à 20 (par exemple, d'environ 3 à 10), et comprend généralement d'environ 6 à 600 filaments continus (par exemple, d'environ 20 à 400 filaments continus). Le denier par filament et le nombre de filaments continus présents dans le fil peuvent être largement modifiés comme cela apparaîtra au technicien.

45 Le filé à filaments multiples convient plus particulièrement dans les applications industrielles avec des environnements où l'on rencontre des températures élevées, par exemple comme renforcement pour les matériaux de toiture. Le matériau filamenteux subit un degré de rétrécissement relativement faible pour un matériau fibreux de résistance mécanique élevée.

La viscosité intrinsèque (VI) du polymère et du fil est une mesure commode du degré de polymérisation et de la masse moléculaire. On détermine VI en mesurant la viscosité relative d'une solution d'un échantillon PET dans un mélange de solvant en phénol et tétrachloroéthane (60/40 en poids).

On peut obtenir dans la présente invention des fils étirés satisfaisants avec une valeur de VI d'au moins 0,78, par exemple de 0,80 à 0,90.

55 Les valeurs de la ténacité (c'est-à-dire au moins 7,2 grammes par denier, de préférence de 7,5 à 8,5 grammes par denier), sont favorablement comparables aux paramètres particuliers que présentent les fils qu'on trouve dans le commerce. Les propriétés de traction dont il est question ici sont déterminées sur des fils conditionnés pendant deux heures, grâce à l'utilisation d'un appareil d'essai de la traction dit Instron (modèle TM) utilisant une longueur étalon de 25 cm (10 pouces) et un taux de contrainte de 120% par minute selon la norme ASTM D885. Toutes les mesures de traction sont effectuées à la température ambiante. La ténacité à la résistance de rupture en grammes par denier (UTS) est la force interne maximum résultante qui résiste à la rupture dans un test de traction, ou charge ou force de rupture, exprimée en unités de poids nécessaires pour rompre un échantillon dans un essai de traction effectué en conformité avec le mode opératoire standard spécifié. Par «AR %», on entend l'allongement  
60 la rupture en pourcent.

65 Les rétrécissements en chaleur sèche (DIN) sont déterminés en exposant un tronçon mesuré de fil

soumis à aucune tension à de la chaleur sèche pendant 30 minutes dans un four maintenu aux températures indiquées (177°C pour la norme DIN<sub>177</sub> et 200°C pour la norme DIN<sub>200</sub>), et en mesurant le changement de la longueur. On exprime les rétrécissements en pourcentages de la longueur d'origine. Le rétrécissement DIN<sub>177</sub> a été le plus fréquemment mesuré pour le fil industriel, mais on a trouvé que le rétrécissement DIN<sub>200</sub> fournit une indication importante du rétrécissement pour des applications nécessitant une bonne stabilité dimensionnelle aux hautes températures.

On définit l'expression «rétrécissement libre» par la diminution en pourcent de la longueur du fil lorsque celui-ci est exposé dans un four à une température de 177°C pendant 2 minutes sous une tension de 0,009 gpd.

Dans les exemples suivants, on a fabriqué le fil en procédant au filage à partir d'une masse fondue de téréphtalate de polyéthylène dans les conditions de filage et de refroidissement de l'exemple 1 du brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 251 481, dont l'application d'un apprêt au fil. Les exemples suivants représentent les étapes ultérieures d'étirage et de traitement thermique fournies sur les panneaux représentés en fig. 1 et 2.

#### Exemple 1

En liaison avec la fig. 1, on a effectué un essai à l'intérieur de l'enceinte chauffée 8, qu'on a enlevé du panneau. Les conditions du procédé sont les suivantes:

| Zone | Rugosité de la surface des rouleaux, | Vitesse des rouleaux, | Température des rouleaux, |
|------|--------------------------------------|-----------------------|---------------------------|
|      | G/D                                  | mètres par minute     | °C                        |
| 5    | 50/57                                | 2059,3 à 2243,7       | 100/100                   |
| 4    | 50/62                                | 2313,6                | 220/220                   |
| 3    | 67/52                                | 1575,8                | 140/140                   |
| 2    | 66/67                                | 394,0                 | 100/100                   |
| 1    | 30                                   | 386,2                 | Ambiante                  |

Le temps de séjour du fil dans la zone 4 est de 0,36 seconde. On a fait varier la vitesse des rouleaux de relaxation de la zone 5 pour la faire passer de 2059,3 à 2243,7 afin de fournir des échantillons de fil ayant une relaxation comprise entre 3 et 11%. On a déterminé que la relaxation maximum à laquelle le procédé fonctionnait sans rupture est de 11%. On a produit un fil ayant une viscosité intrinsèque de 0,88. On a obtenu les propriétés suivantes:

| Essai | Relaxation en % | AR en % | UTS en gpd | Rétrécissement libre à 177°C | Rétrécissement DIN à 177°C |
|-------|-----------------|---------|------------|------------------------------|----------------------------|
| I-A   | 3,0             | 10,2    | 9,27       | 13,3                         |                            |
| B     | 4,0             | 13,0    | 8,72       | 12,6                         |                            |
| C     | 5,0             | 13,8    | 8,58       | 10,7                         |                            |
| D     | 6,0             | 14,5    | 8,79       | 9,9                          |                            |
| E     | 7,0             | 16,4    | 8,77       | 9,8                          |                            |
| F     | 8,0             | 16,8    | 8,58       | 8,5                          |                            |
| G     | 9,0             | 18,0    | 8,62       | 7,0                          |                            |
| H     | 10,0            | 19,7    | 8,40       | 7,0                          |                            |
| I     | 11,0            | 21,6    | 8,36       | 5,8                          | 6,4                        |

#### Exemple 2

En liaison avec la fig. 1, on a effectué un essai dans les conditions suivantes du procédé:

# CH 687 207 A5

|    | Zone | Rugosité de la surface des rouleaux, G/D | Vitesse des rouleaux, mètres par minute | Température des rouleaux, °C |
|----|------|------------------------------------------|-----------------------------------------|------------------------------|
| 5  | 5    | 50/57                                    | 1911,3 à 2083,2                         | 100/1010                     |
|    | 4    | 50/62                                    | 2289,1                                  | 220/220                      |
| 10 | 3    | 67/52                                    | 1708,3                                  | 140/140                      |
|    | 2    | 66/67                                    | 401,7                                   | 100/100                      |
|    | 1    | 30                                       | 393,9                                   | Ambiante                     |

15 Le temps de séjour dans la zone 4 est de 0,3639s. On a maintenu à une température de 230°C les plaques chauffantes 9 et 9a de la zone 4.

On a produit un fil ayant une viscosité intrinsèque de 0,88. On a obtenu les propriétés suivantes pour le fil:

|    | Essai | Relaxation en % | AR en % | UTS en gpd | Rétrécissement libre à 177°C | Rétrécissement DIN à 177°C |
|----|-------|-----------------|---------|------------|------------------------------|----------------------------|
| 20 |       |                 |         |            |                              |                            |
| 25 | II-A  | 9,0             | 22,1    | 8,02       | 5,2                          | 5,8                        |
|    | B     | 10,0            |         |            |                              |                            |
|    | C     | 10,5            | 23,6    | 8,02       | 4,2                          | 4,8                        |
| 30 | D     | 11,0            | 24,5    | 7,93       | 3,8                          | 4,4                        |
|    | E     | 11,5            | 25,5    | 7,84       | 3,6                          | 4,2                        |
|    | F     | 12,0            | 26,6    | 7,66       | 3,0                          | 3,6                        |
|    | G     | 12,5            | 26,0    | 7,76       | 3,0                          | 3,6                        |
| 35 | H     | 13,0            | 27,0    | 7,46       | 2,4                          | 3,0                        |
|    | I     | 13,5            | 28,9    | 7,58       | 2,4                          | 3,0                        |
|    | J     | 14,0            | 27,5    | 7,43       | 1,9                          | 2,5                        |
| 40 | K     | 14,5            | 29,7    | 7,38       | 1,8                          | 2,4                        |
|    | L     | 15,0            | 30,0    | 7,45       | 1,4                          | 1,9                        |
|    | M     | 15,5            | 31,4    | 7,39       | 1,1                          | 1,6                        |
|    | N     | 16,0            | 31,6    | 7,38       | 1,1                          | 1,6                        |
| 45 | O     | 16,5            | 32,4    | 7,34       | 0,9                          | 1,4                        |
|    | P     | 17,0            | 33,5    | 7,32       | 1,1                          | 1,6                        |

## Exemple 3

50

On a répété l'essai de l'exemple 2 en apportant un changement aux rouleaux. On a changé les deux rouleaux de la zone 4 par des rouleaux zébrés avec 75 millimètres de chrome mat (Rugosité de 86) à l'arrière du rouleau et 50 millimètres de chrome mat (Rugosité de 86) à l'avant avec 16,5 cm de chrome brillant (Rugosité de 7) entre les surfaces mates. L'objectif était de déterminer si des rouleaux en chrome brillant donnent un meilleur transfert de la chaleur que des rouleaux en chrome mat. Toutes les autres conditions du procédé sont celles de l'exemple 2. On a fabriqué un fil ayant une viscosité intrinsèque de 0,88. On a obtenu les propriétés suivantes pour le fil:

55

60

65

# CH 687 207 A5

|    |       |                 |         |            | Rétreçissement<br>libre à | Rétreçissement<br>DIN à |
|----|-------|-----------------|---------|------------|---------------------------|-------------------------|
|    | Essai | Relaxation en % | AR en % | UTS en gpd | 177°C                     | 177°C                   |
| 5  | III-A | 12,0            | 25,4    | 7,37       | 4,5                       | 5,1                     |
|    | B     | 12,5            | 24,4    | 7,24       | 2,6                       | 3,2                     |
|    | C     | 13,0            | 26,8    | 7,36       | 2,4                       | 3,0                     |
| 10 | D     | 13,5            | 26,5    | 7,17       | 2,2                       | 2,8                     |
|    | E     | 14,0            | 28,0    | 7,35       | 2,0                       | 2,6                     |
|    | E     | 14,5            | 28,3    | 7,23       | 1,8                       | 2,4                     |
| 15 | G     | 15,0            | 31,7    | 7,06       | 1,6                       | 2,1                     |
|    | H     | 15,5            | 30,5    | 7,14       | 1,4                       | 1,9                     |
|    | I     | 16,0            | 32,8    | 7,11       | 1,2                       | 1,7                     |
| 20 | J     | 16,5            | 30,3    | 6,73       | 1,1                       | 1,6                     |
|    | K     | 17,0            | 31,0    | 6,96       | 1,0                       | 1,5                     |
|    | L     | 17,5            | 33,3    | 6,70       | 1,2                       | 1,7                     |
|    | M     | 18,0            | 34,1    | 6,84       | 1,1                       | 1,6                     |
| 25 | N     | 18,5            | 34,1    | 6,41       | 0,6                       | 1,1                     |
|    | O     | 19,0            | 35,5    | 6,24       | 0,7                       | 1,2                     |
|    | P     | 19,5            | 38,5    | 6,62       | 0,7                       | 1,2                     |

30 Les propriétés du fil de cet exemple sont semblables à celles de l'exemple 2, sauf que la ténacité est plus faible d'environ 0,15 gpd. On a utilisé une relaxation en pourcent plus élevée dans cet exemple, mais il est des plus probables qu'elle aurait pu être employée dans l'exemple 2.

## 35 Exemple 4

On a fabriqué un fil en utilisant un procédé d'étirage à un seul stade avec un dispositif de localisation du point d'étirage (LPE) tel que représenté en fig. 2. On n'a pas chauffé le rouleau 3 (zone 1) et celui-ci est en chrome poli. En zone 2, les rouleaux 4 et 4a sont en chrome poli non chauffé. En zone 3, les rouleaux 7 et 7a sont des rouleaux LA-7 (rugosité superficielle de 1,78  $\mu\text{m}$  (70 micro-pouces)) qu'on chauffe à la température spécifiée. Les rouleaux 10 et 10a sont en chrome mat non chauffé. Dans tous les essais à l'exception de l'essai n° 2, on a chauffé les plaques de chauffage 9 et 9a à une température de 350°C. Dans l'essai n° 2, on n'a pas chauffé les plaques de chauffage. On a utilisé les conditions suivantes pour le procédé.

45

50

55

60

65

Exemple 4. Conditions du procédé

| Essai | Vitesse des rouleaux m/mn |        |        | Temp. des rouleaux |        | Temps de séjour (s) dans l'enceinte de la d'étréage |         | Relaxation en % |        | Vitesse des rouleaux |             | Rapport d'étréage total |
|-------|---------------------------|--------|--------|--------------------|--------|-----------------------------------------------------|---------|-----------------|--------|----------------------|-------------|-------------------------|
|       | Zone 1                    | Zone 2 | Zone 3 | Zone 3, °C         | Zone 3 | Zone 3                                              | Re1xRe2 | Zone 3 à Zone 4 | Zone 4 | Zone 4               | Zone 4 m/mn |                         |
| IV-0  | 357,2                     | 359,2  | 2298,9 | 230/230            | 0,4936 | 6,432                                               | 13,0    | 2000            | 5,596  |                      |             |                         |
| 1     | 357,2                     | 359,2  | 2298,9 | 230/230            | 0,3455 | 6,432                                               | 13,0    | 2000            | 5,596  |                      |             |                         |
| 2     | 357,2                     | 259,2  | 2298,9 | 230/230            | 0,3455 | 6,432                                               | 13,0    | 2000            | 5,596  |                      |             |                         |
| 3     | 345,2                     | 347,2  | 222,2  | 195/195            | 0,3574 | 6,432                                               | 10,0    | 2000            | 5,789  |                      |             |                         |
| 4-1   | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 240/240            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 4-2   | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 240/240            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 4-3   | 472,9                     | 474,9  | 2991,9 | 240/240            | 0,2654 | 6,332                                               | 14,0    | 2573            | 5,446  |                      |             |                         |
| 5     | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 225/225            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 6-1   | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 210/210            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 6-2   | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 210/210            | 0,1535 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 7     | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 240/240            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 8-1   | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 210/210            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 8-2   | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 210/210            | 0,1535 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 11-1  | 467,2                     | 469,4  | 2957,5 | 240/240            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 2573            | 5,509  |                      |             |                         |
| 11-2  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 240/240            | 0,2686 | 6,432                                               | 13,0    | 2573            | 5,596  |                      |             |                         |
| 11-3  | 471,0                     | 473,0  | 3027,1 | 240/240            | 0,2623 | 6,432                                               | 15,0    | 2573            | 5,467  |                      |             |                         |
| 11-4  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 240/240            | 0,1535 | 6,432                                               | 13,0    | 2573            | 5,596  |                      |             |                         |
| 12-1  | 467,4                     | 469,4  | 2957,5 | 225/225            | 0,2686 | 6,332                                               | 13,0    | 5,509           | 5,509  |                      |             |                         |
| 12-2  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225            | 0,2686 | 6,432                                               | 13,0    | 2573            | 5,596  |                      |             |                         |
| 12-3  | 471,0                     | 473,0  | 3027,1 | 225/225            | 0,2623 | 6,432                                               | 15,0    | 2573            | 5,567  |                      |             |                         |
| 12-4  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225            | 0,1535 | 6,432                                               | 13,0    | 2573            | 5,596  |                      |             |                         |

Exemple 4. Conditions du procédé (suite page suivante)

| Essai | Vitesse des rouleaux m/mn |        |        | Temp. des rouleaux °C | Temps de séjour (s) dans l'enceinte de la Zone 3 | Rapport d'étrépage Re1xRe2 | Relaxation en % |        |        | Vitesse des rouleaux Zone 4 m/mn |       | Rapport d'étrépage total |
|-------|---------------------------|--------|--------|-----------------------|--------------------------------------------------|----------------------------|-----------------|--------|--------|----------------------------------|-------|--------------------------|
|       | Zone 1                    | Zone 2 | Zone 3 |                       |                                                  |                            | Zone 3 A        | Zone 4 | Zone 4 |                                  |       |                          |
| 13-1  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 210/210               | 0,2686                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 13-2  | 471,0                     | 473,0  | 3027,1 | 210/210               | 0,2623                                           | 6,432                      | 15,0            |        |        | 2573                             | 5,467 |                          |
| 13-3  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 210/210               | 0,1535                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 14-1  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,2686                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 14-2  | 471,0                     | 473,0  | 3027,1 | 225/225               | 0,2623                                           | 6,432                      | 15,0            |        |        | 2573                             | 5,467 |                          |
| 14-3  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,1535                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 15-1  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,2686                                           | 6,432                      | 10,0            |        |        | 2661,8                           | 5,789 |                          |
| 15-2  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,2686                                           | 6,432                      | 5,0             |        |        | 2809,6                           | 6,110 |                          |
| 15-3  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,2686                                           | 6,432                      | 0               |        |        | 2957,5                           | 6,432 |                          |
| 16-1  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 210/210               | 0,2686                                           | 6,432                      | 10,0            |        |        | 2661,8                           | 5,789 |                          |
| 16-2  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 210/210               | 0,2686                                           | 6,432                      | 5,0             |        |        | 2809,6                           | 6,110 |                          |
| 16-3  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 210/210               | 0,2686                                           | 6,432                      | 0               |        |        | 2957,5                           | 6,432 |                          |
| 17-1  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,2686                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 17-2  | 471,0                     | 473,0  | 3027,1 | 225/225               | 0,2623                                           | 6,432                      | 15,0            |        |        | 2573                             | 5,467 |                          |
| 17-3  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,1535                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 18-1  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,2686                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 18-2  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,1535                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 18-3  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,1151                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |
| 18-4  | 460,1                     | 462,1  | 2957,5 | 225/225               | 0,0768                                           | 6,432                      | 13,0            |        |        | 2573                             | 5,596 |                          |

# CH 687 207 A5

Pour les essais précédents 0 à 8-2, on a fabriqué un fil ayant une viscosité intrinsèque de 0,86. Pour les essais 11-1 à 18-4, on a obtenu un fil ayant une viscosité intrinsèque de 0,82. On a obtenu les propriétés physiques suivantes:

|    | Essai | AR en % | UTS en pgd | Rétrécissement<br>libre à<br>177°C | Rétrécissement<br>DIN à<br>177°C | Rétrécissement<br>DIN à<br>200°C |
|----|-------|---------|------------|------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| 5  | IV-0  | 23,8    | 8,19       | 0,8                                | 1,3                              | 2,95                             |
| 10 | 1     | 23,2    | 7,64       | 0,9                                | 1,4                              |                                  |
|    | 2     | 22,8    | 7,73       | 1,0                                | 1,5                              |                                  |
|    | 3     | 19,2    | 8,25       | 1,8                                | 2,4                              | 5,71                             |
| 15 | 4-1   | 21,0    | 7,46       | 1,5                                | 2,0                              |                                  |
|    | 4-2   | 21,6    | 7,41       | 1,3                                | 1,8                              |                                  |
|    | 4-3   | 21,9    | 7,17       | 1,3                                | 1,8                              |                                  |
| 20 | 5     | 22,2    | 8,05       | 1,0                                | 1,5                              | 3,81                             |
|    | 6-1   | 22,1    | 8,07       | 1,0                                | 1,5                              |                                  |
|    | 6-2   | 22,1    | 7,78       | 1,4                                | 1,9                              |                                  |
| 25 | 7     | 20,6    | 7,65       | 1,7                                | 2,3                              |                                  |
|    | 8-1   | 22,1    | 8,02       | 1,6                                | 2,1                              |                                  |
|    | 8-2   | 20,6    | 8,18       | 1,1                                | 1,6                              |                                  |
|    | 11-1  | 21,7    | 6,93       | 1,3                                | 1,8                              |                                  |
| 30 | 11-2  | 21,1    | 7,02       | 1,5                                | 2,0                              |                                  |
|    | 11-3  | 23,1    | 6,87       | 1,1                                | 1,6                              |                                  |
|    | 11-4  | 21,2    | 7,32       | 1,6                                | 2,1                              |                                  |
| 35 | 12-1  | 21,6    | 7,64       | 1,1                                | 1,6                              |                                  |
|    | 12-2  | 22,0    | 7,37       | 0,9                                | 1,4                              | 4,02                             |
|    | 12-3  | 23,7    | 7,34       | 0,9                                | 1,4                              |                                  |
|    | 12-4  | 22,4    | 7,88       | 1,6                                | 2,1                              |                                  |
| 40 | 13-1  | 20,7    | 7,73       | 1,2                                | 1,7                              |                                  |
|    | 13-2  | 23,5    | 7,52       | 0,9                                | 1,4                              |                                  |
|    | 13-3  | 21,9    | 7,80       | 1,5                                | 2,0                              |                                  |
| 45 | 14-1  | 20,4    | 7,60       | 1,2                                | 1,7                              |                                  |
|    | 14-2  | 23,2    | 7,33       | 0,9                                | 1,4                              | 2,91                             |
|    | 14-3  | 21,2    | 7,60       | 1,2                                | 1,7                              |                                  |
| 50 | 17-1  | 21,6    | 7,46       | 1,0                                | 1,5                              |                                  |
|    | 17-2  | 23,3    | 7,09       | 0,9                                | 1,4                              |                                  |
|    | 17-3  | 21,3    | 7,23       | 1,5                                | 2,0                              |                                  |
| 55 | 18-1  | 21,9    | 8,08       | 1,1                                | 1,6                              |                                  |
|    | 18-2  | 22,0    | 8,01       | 1,3                                | 1,8                              |                                  |
|    | 18-3  | 21,2    | 7,74       | 1,4                                | 1,9                              |                                  |
|    | 18-4  | 20,4    | 7,87       | 1,9                                | 2,5                              |                                  |

## Exemple 5

On a fabriqué un fil sur le panneau d'étirage représenté en fig. 1. Le rouleau 3 est en chrome poli non chauffé. Les rouleaux 4 et 4a sont en chrome mat à une température de la surface de 125°C. Les rouleaux 5 et 5a sont des rouleaux LA-7 à 150°C. Les rouleaux 7 et 7a sont en chrome mat à 225°C.

## CH 687 207 A5

Les plaques de chauffage 9 et 9a ne sont pas chauffées pour l'enceinte. Les rouleaux 10 et 10a sont en chrome mat non chauffé qu'on fait fonctionner dans tous les essais à une vitesse de 2400 mètres par minute. Les conditions supplémentaires du procédé sont les suivantes.

### 5 Exemple 5. Conditions du procédé

|    | Essai | Vitesse des rouleaux m/mn |        |        |        | Temps séjour (s) |
|----|-------|---------------------------|--------|--------|--------|------------------|
|    |       | Zone 1                    | Zone 2 | Zone 3 | Zone 4 | enceinte de la   |
| 10 | V-16  | 469,5                     | 474,1  | 1896,6 | 2727,3 | 0,2883           |
|    | 17    | 474,8                     | 479,6  | 1918,4 | 2758,6 | 0,2880           |
|    | 18    | 459,0                     | 463,6  | 1854,5 | 2666,7 | 0,2978           |
| 15 | 19    | 440,0                     | 444,5  | 1777,8 | 2666,7 | 0,2978           |
|    | 20    | 425,8                     | 430,1  | 1720,5 | 2666,7 | 0,2978           |
|    | 21    | 436,6                     | 440,9  | 1763,7 | 2666,7 | 0,2978           |
| 20 | 22    | 450,0                     | 454,6  | 1818,2 | 2727,3 | 0,2883           |
|    | 23    | 460,9                     | 465,1  | 1860,5 | 2790,7 | 0,2846           |
|    | 24    | 416,9                     | 421,1  | 1684,2 | 2526,3 | 0,3143           |

### 25 Exemple 5. Conditions du procédé (suite)

|    | Essai | Relaxation en %<br>Zone 4 A 5 | Rapport d'étirage<br>Re1xRe2xRe3 | Rapport<br>d'étirage total |
|----|-------|-------------------------------|----------------------------------|----------------------------|
| 30 | V-16  | 12,0                          | 5,809                            | 5,112                      |
|    | 17    | 13,0                          | 5,810                            | 5,055                      |
|    | 18    | 10,0                          | 5,810                            | 5,229                      |
|    | 19    | 10,0                          | 6,061                            | 5,455                      |
| 35 | 20    | 10,0                          | 6,263                            | 5,636                      |
|    | 21    | 10,0                          | 6,108                            | 5,497                      |
|    | 22    | 12,0                          | 6,061                            | 5,333                      |
| 40 | 23    | 14,0                          | 6,060                            | 5,218                      |
|    | 24    | 5,0                           | 6,060                            | 5,757                      |

On a obtenu les propriétés physiques suivantes:

|    | Essai | AR en % | UTS en gpd | Rétreissement<br>libre à<br>177°C | Rétreissement<br>DIN à<br>177°C |
|----|-------|---------|------------|-----------------------------------|---------------------------------|
| 50 | V-16  | 22,8    | 8,01       | 1,8                               | 2,4                             |
|    | 17    | 23,6    | 7,95       | 1,4                               | 1,9                             |
|    | 18    | 21,4    | 7,33       | 2,5                               | 3,1                             |
|    | 19    | 20,2    | 7,93       | 2,7                               | 3,3                             |
| 55 | 20    | 20,1    | 8,56       | 3,3                               | 3,9                             |
|    | 21    | 19,6    | 8,26       | 3,0                               | 3,6                             |
|    | 22    | 21,7    | 7,72       | 2,0                               | 2,6                             |
| 60 | 23    | 25,4    | 7,74       | 1,1                               | 1,6                             |
|    | 24    | 15,6    | 8,40       | 7,0                               | 7,7                             |

65

La présente invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation qui viennent d'être décrits, elle est au contraire susceptible de modifications et de variantes qui apparaîtront à l'homme de l'art.

## Revendications

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

1. Procédé pour la fabrication en continu d'un fil en polyester comprenant es étapes consistant à filer (1) du polymère fondu pour former un fil à filaments multiples, à introduire (4, 4a) le fil dans un système de rouleaux d'étirage (7, 7a) afin d'étirer le fil, ce système de rouleaux d'étirage comprenant une paire de rouleaux d'étirage chauffés, puis à suralimenter le fil étiré provenant des rouleaux d'étirage chauffés dans un système de rouleaux de relaxation (10, 10a), pour réduire le rétrécissement, et à enrouler (12) le fil pour former une bobine dans un procédé continu, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes consistant à maintenir le fil en mouvement autour de ladite paire de rouleaux d'étirage chauffés pendant une durée suffisante, à maintenir la température de l'air dans la zone entourant le fil en mouvement pendant ladite durée à une température d'au moins 200°C, les rouleaux d'étirage ayant chacun une température de surface d'au moins 200°C, d'où il résulte que le fil est suffisamment chauffé pour obtenir une relaxation importante entre les rouleaux d'étirage chauffés et le système de rouleaux de relaxation, d'où l'obtention d'un faible rétrécissement.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de l'air autour du fil en mouvement est maintenue autour de la paire de rouleaux d'étirage chauffés par la présence d'une boîte chauffée (8).

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la température de l'air à l'endroit contigu au fil est chauffée par des plaques chauffées (9, 9a).

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le fil en mouvement est maintenu autour de la paire de rouleaux d'étirage chauffés (7, 7a) pendant une durée d'au moins 0,25 seconde, la température de l'air dans la zone entourant le fil en mouvement est maintenue pendant ladite durée à une température d'au moins 220°C, les rouleaux d'étirage ont chacun une température de surface d'au moins 220°C et une partie importante de leur surface présente une valeur de la rugosité superficielle d'au moins 1,27  $\mu\text{m}$  (50 micro-pouces).

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le fil en mouvement est maintenu autour de la paire de rouleaux d'étirage chauffés pendant une durée de 0,25 à 0,50 seconde et le fil est suffisamment chauffé pour obtenir une relaxation importante d'au moins 10%.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le fil est suffisamment chauffé pour obtenir ladite relaxation importante avec une valeur d'au moins 12%.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le fil est suffisamment chauffé pour obtenir ladite relaxation importante avec une valeur d'au moins 13%.

8. Fil industriel en téréphtalate de polyéthylène obtenu pour un procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, ayant une viscosité intrinsèque d'au moins 0,78, un rétrécissement  $\text{DIN}_{177}$  en chaleur sèche inférieur à 2,0%, un rétrécissement  $\text{DIN}_{200}$  en chaleur sèche inférieur à 4,5, et une ténacité d'au moins 7,2 grammes par denier.

9. Fil selon la revendication 8 caractérisé en ce que la viscosité intrinsèque est 0,80 à 0,90, et en ce que le rétrécissement  $\text{DIN}_{177}$  en chaleur sèche est au moins 1,0% et la ténacité est de 7,5 à 8,5 grammes par denier.

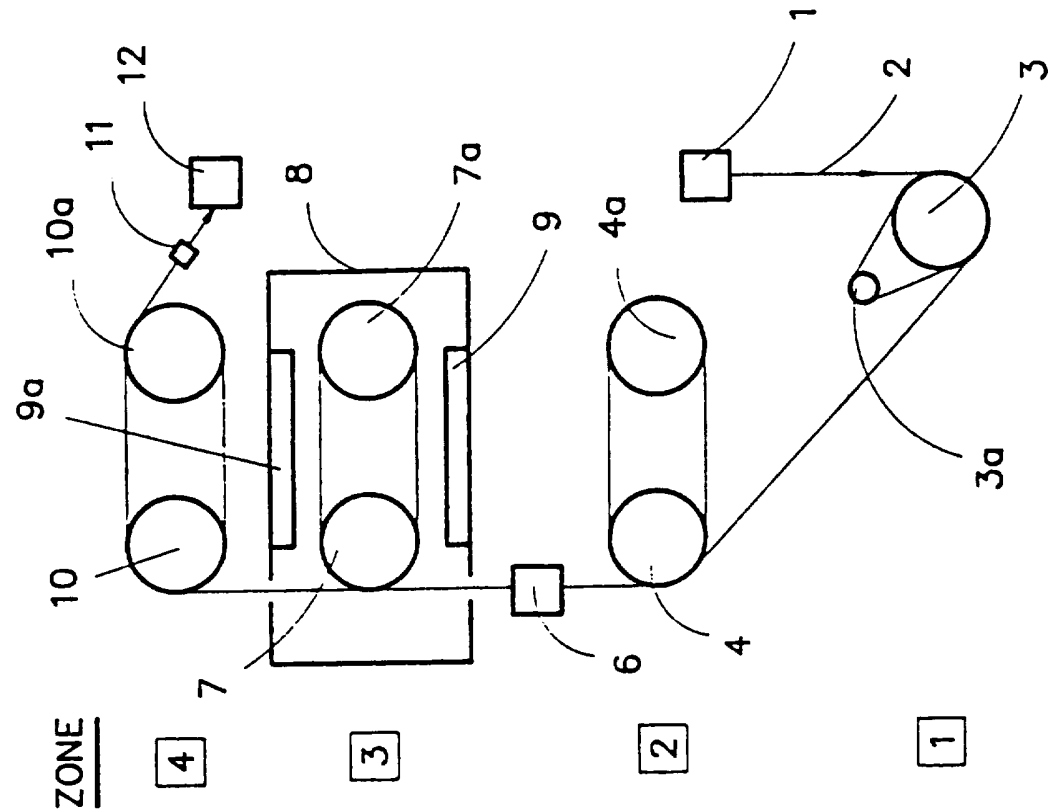


FIGURE 2

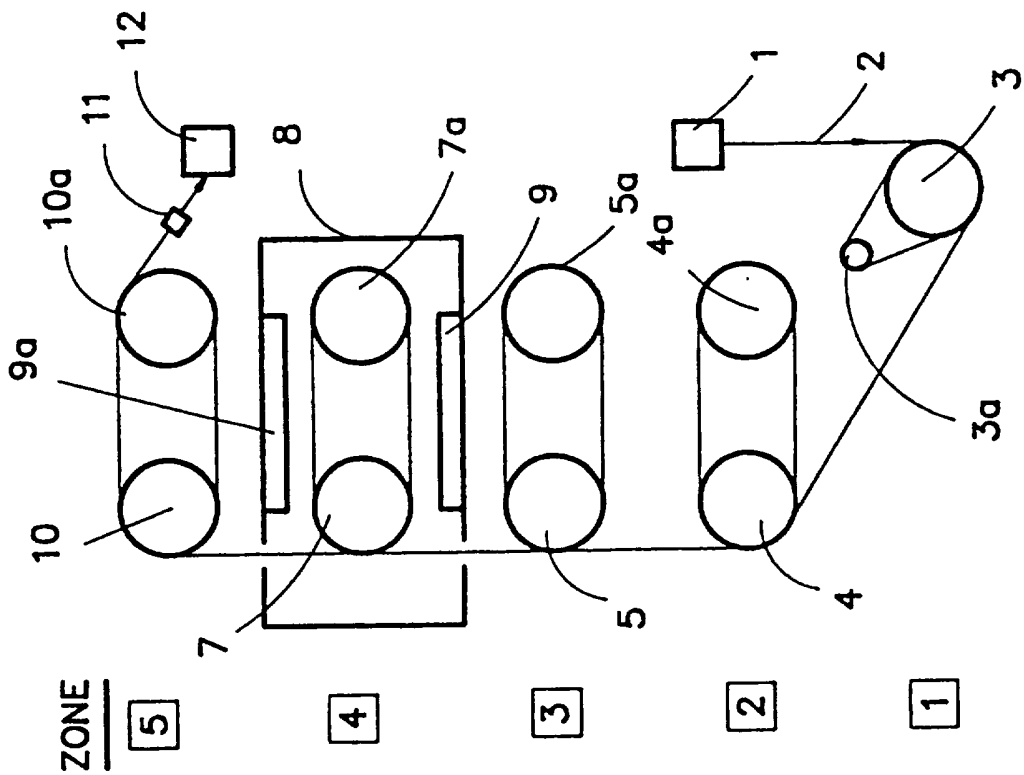


FIGURE 1