

procédés industriels

Traitement thermique des fibres chimiques

Étude de la prévision de comportement du polyester
lors de traitements thermomécaniques industriels

procédés industriels

Traitement thermique des fibres chimiques

Étude de la prévision de comportement du polyester
lors de traitements thermomécaniques industriels

G. PRATI, R. Mc ILHAGGER, M. CORDELIER, H. BORSTEN, M. GLASTRA

Centre de recherche scientifique et technique de Comitextil

Rapport scientifique et technique

Contrat n° 195-75-12 IRAB

Publié par :
COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES
Direction générale
«Information scientifique et technique et gestion de l'information»
Bâtiment Jean Monnet
LUXEMBOURG

AVERTISSEMENT

Ni la Commission des Communautés européennes, ni aucune autre personne agissant au nom de la Commission, n'est responsable de l'usage qui pourrait être fait des informations ci-après

Une fiche bibliographique figure à la fin de l'ouvrage

© CECA-CEE-CEEA, Bruxelles-Luxembourg, 1980

Printed in Belgium

ISBN 92-825-1757-8

N° de catalogue : CD-NF-80-001-FR-C

TRAITEMENT THERMIQUE DES FIBRES CHIMIQUES

Etude de la prévision de comportement du polyester
lors de traitements thermomécaniques industriels

RAPPORT SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE

Ce Rapport présente la description et les résultats d'une action de recherche scientifique textile, menée de concert, au niveau communautaire, entre plusieurs laboratoires de divers pays membres de la C.E.E.

Il s'agit du thème de recherche n° 1 d'un programme initial, dit de "faisabilité", dont les deux autres thèmes concernent "le traitement des textiles en milieu solvant organique" (N° 2), et "l'ignifugation par radiogreffage" (n° 3).

Le caractère collectif de cette recherche, grâce à son effet de synergie, permet d'atteindre le seuil d'efficacité nécessaire et de mettre les résultats obtenus, à la disposition de l'ensemble des entreprises du secteur.

Conçu dans le cadre de la Stratégie du secteur textile européen, ce programme, comme celui qui lui fait suite, est basé sur les objectifs des politiques communes définies en matière de compétitivité industrielle, de profit économique et social, et de souci du consommateur.

Il est réalisé à l'initiative et sous la direction du Centre de Gestion de la recherche scientifique de Comitextil, avec le concours financier de la Commission des C.E..

x x x

Responsables de l'action :

. COMITEXTIL

- Centre de Gestion de la recherche: J. CARISSIMO-DESURMONT, Président du Conseil de Gestion.
- Programme n° 1 : J. STRYCKMAN, Chef de Programme.
- Thème de recherche n° 1 : M. CORDELIER, Chef de projet.

. COMMISSION DES C.E.

- Direction Générale des Affaires Industrielles (D.G. III)

OCTOBRE 1979

INSTITUTS ET LABORATOIRES PARTICIPANTS

- . Stazione sperimentale cellulosa carta e fibre tessili - Italia
- . Lambeg Industrial Research Association - LIRA - Ireland
- . Institut Textile de France - France
- . Vezelinstituut T.N.O. - Nederland

COLLABORATEURS

- . Dr. G. Prati
- . Dr. R. McIlhagger
- . M. Cordelier
- . Ir. H. Borsten
- . Ir. M. Glastra

x x x

TABLES DES MATIERES

| | <u>page.</u> |
|---|--------------|
| Résumé | 4 |
| I. Introduction et énoncé du problème | 5 |
| II. Matières premières mises en oeuvre | 7 |
| III. Méthodes d'investigation | 8 |
| 1. Revue des méthodes utilisées et des paramètres mesurés | 8 |
| 2. Résultats | 11 |
| 3. Commentaires des résultats | 16 |
| IV. Méthodes et essais interlaboratoires | 24 |
| 1. Temps de dissolution critique | 24 |
| 2. Tinctoriabilité | 30 |
| 3. Mesure à la continue des paramètres du retrait thermique | 34 |
| V. Conclusions générales | 38 |
| VI. Bibliographie / Sigles | 39 |

x

x

x

RESUME

L'objectif de l'étude était d'éliminer ou tout au moins réduire des malfaçons des articles en polyester résultant de traitements thermiques, et de définir des méthodes qui permettent de déceler des différences de comportement des fibres de polyester, simples et applicables industriellement.

A partir de l'analyse statistique de 61 caractéristiques des fibres, on décrit trois méthodes simples qui ont été sélectionnées et mises au point :

- . la mesure du temps critique de dissolution (TCD)
- . la mesure de la tinctoriabilité
- . la mesure à la continue du retrait ou de l'allongement thermique

Le recouplement des résultats d'au moins deux d'entre elles, permet de savoir à l'avance si un lot de fil se comportera uniformément et ne donnera pas lieu à des variations altérant la qualité et donc conduisant à des dépréciations.

I. INTRODUCTION ET ENONCE DU PROBLEME

En dépit des très nombreux travaux consacrés à l'action des traitements thermiques sur les matières textiles synthétiques, on reste encore assez démuné sur les conditions optimales permettant de supprimer ou limiter les accidents d'utilisation. En effet, on commence maintenant à disposer de plusieurs modèles de structure aptes à rendre compte théoriquement de l'évolution induite par un traitement thermique donné, mais l'aspect cinétique, pourtant essentiel dans la pratique industrielle, reste largement ignoré et laisse encore une place considérable à l'empirisme. De plus, les travaux exécutés de par le monde sur ce problème, font appel à des supports spécifiques différents d'un laboratoire à l'autre - fils de producteurs différents ayant des histoires thermiques différentes - ce qui rend pratiquement impossible l'appréciation pondérée du rôle des divers paramètres dans l'évolution induite.

C'est la raison pour laquelle il était justifié de lancer, sur un sujet déjà souvent examiné, une première action communautaire de recherche collective. Il fut décidé de choisir le cas des multifilaments continus de polyester, matière connue comme particulièrement sensible aux traitements thermomécaniques en raison de sa tendance naturelle à se présenter dans un état thermodynamiquement métastable, ce qui la distingue nettement du polyamide et du polypropylène. Les moyens et le temps disponibles ne permettaient pas, par ailleurs, d'étudier le cas des autres fibres chimiques.

Il s'agissait pour cette première recherche communautaire :

1. de faire travailler divers laboratoires européens sur les mêmes échantillons bien définis,
2. d'examiner la cohérence des données expérimentales obtenues par diverses techniques à la fois de tendance "fondamentale" (Rayons-X, IR, etc...) et de tendance "applicative" (tinctoriabilité, paramètres du retrait, etc...) pratiqués par des laboratoires différents,
3. de dégager un petit nombre de méthodes (1,2, voire 3) particulièrement faciles à mettre en oeuvre par un laboratoire peu équipé, par exemple un laboratoire de petite et moyenne entreprise, et les plus révélatrices possibles : ceci devant avoir pour conséquence de disposer de méthodes de contrôle de réception permettant d'alerter les utilisateurs de fils synthétiques industriels sur les inconvénients possibles qui peuvent intervenir au cours des processus d'élaboration des articles.

C'est probablement une des toutes premières fois qu'un aussi grand nombre de techniques, mises en oeuvre par des laboratoires différents, ont pu être appliquées à des échantillons aussi nombreux mais communs à tous les laboratoires. C'est grâce à cette circonstance qu'on peut maintenant proposer une approche originale du rôle des variables indépen-

dantes dans les caractéristiques des multifilaments de polyester traités thermiquement ou non. Les traitements thermiques -teinture, thermofixage- qui interviennent en fin de cycle de fabrication industrielle textile, révèlent une histoire thermomécanique antérieure, ayant pu provoquer des variations importantes de structure fine. Les méthodes directes d'évaluation de la structure sont du domaine des laboratoires de recherche hautement équipés. On a donc recherché des méthodes plus globales, indirectes et rapides mais corrélées aux méthodes fines et on a retenu :

- . une méthode de mesure du temps de dissolution,
- . une méthode de mesure des variations dimensionnelles,
- . une méthode tinctoriale.

Ces méthodes sont rapides, suffisamment simples et peu onéreuses de mise en oeuvre pour trouver une application industrielle.

★ ★ ★

II. MATIERES PREMIERES MISES EN OEUVRE

Les fils ont été choisis de manière à présenter des caractéristiques de départ aussi proches que possible, tout en constituant un échantillonnage assez représentatif de la production européenne.

1. Fils à l'état initial

Références dans
le texte

| | |
|--|-----|
| MONTEFIBRE 167/30 | MF |
| RHONE POULENC TEXTILE 167/30 mi-mat | RPT |
| IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES 140/24 brillant | ICI |
| ENKA GLANZSTOFF (Fil A) - 167/30 demi-mat | EGA |
| ENKA GLANZSTOFF (Fil B - 280/48 brillant | EGB |

Chaque échantillon représentait 50 à 60 kg de fil comportant l'ensimage de filature, lequel n'a pas été éliminé pour ne pas introduire de variable incontrôlable et puisque les transformateurs industriels travaillent la matière sans supprimer l'ensimage.

2. Fils traités thermiquement

Les cinq fils de départ ci-dessus ont été traités dans un four à deux températures différentes : 190° C et 215° C et sous deux tensions différentes 1 g/tex et 10 g/tex ; chaque fil initial a donné cinq échantillons :

1. fil non traité
2. fil traité à 190° C pendant 7,5 s sous 1 g/tex de tension
3. fil traité à 215° C pendant 1,8 s sous 1 g/tex de tension
4. fil traité à 190° C pendant 7,5 s sous 10 g/tex de tension
5. fil traité à 215° C pendant 1,8 s sous 10 g/tex de tension.

L'ensemble des 25 échantillons a été stocké pendant 4 semaines avant envoi aux laboratoires, afin d'uniformiser le vieillissement avant essais. Il est en effet connu que les polymères évoluent dans le temps selon des lois exponentielles et que les modifications deviennent négligeables au-delà d'un temps suffisant.

III. METHODES D'INVESTIGATION

1. Revue des méthodes utilisées et des paramètres mesurés

| Technique | Principe général de la mesure | Paramètre mesuré |
|----------------------------------|---|---|
| Diagramme force/allongement | Dynamométrie | Charge de rupture allongement à la rupture - module initial |
| Cycles de rémanence | Allongement jusqu'à x % - repos 1 min - relaxation à tension zéro - repos 1 min - allongement jusqu'à rupture | Mesure des trois phases de récupération d'une déformation |
| Angle de défroissement sur fibre | Rayon de courbure 1mm - Charge 350 mg Durée de charge 1 min Durée de relaxation 1 min | Courbure résiduelle |
| Biréfringence | | Mesure des indices de réfraction parallèle et perpendiculaire |
| Densité | Colonne à gradient de densité, solvants tétrachloréthane-pentane | Densité |
| Retrait | Dans le chlorure de méthylène, à 20° C | Rétraction en % |
| Essais de teinture | a) Resolin marine blue GLS .à chaud + véhiculeur .à froid sans véhiculeur b) Celliton écarlate Red .à chaud + véhiculeur c) Astrazon rose FG .dans le chlorure de méthylène à 20° C | |

| Technique | Principe général de la mesure | Paramètre mesuré |
|--|--|---|
| Poids moléculaire | Solvant : métacrésol | En appliquant la formule : $\bar{M}_v = 29500 (\eta)^{1,41}$ |
| Diffraction rayons-X aux grands angles | Radiation K α du cuivre 40 KV ^d , 18 mA , balayage de 6 à 38° | a) indice de cristallinité b) degré d'orientation de la fraction cristalline |
| Diffraction des rayons X aux petits angles | | Paramètre des spectres de diffraction |
| Absorption atomique | | mg/kg de l'impureté considérée |
| Dichroïsme dans le visible | Examen du matériel fibreux par colorant dichroïque (C.I.11005 Disperse Orange 3) Teinture <u>sans</u> solvant en dessous de la température de transition vitreuse | Indice dichroïque % |
| Biréfringence | Sous microscope avec compensateur de Berech | Produit de l'épaisseur par la différence entre les indices parallèle et perpendiculaire |
| Teneur en oligomères | Méthode ITF selon Bull. Sc. ITF Août 76 Solvant : dioxanne | % oligomères totaux % oligomères de surface |
| Rétraction en milieu liquide | Méthode ITF, d'après J. of Applied Polym. Science, 16(1972) 1427-1434 - Enregistrement en continu de la courbe de variation de la longueur d'un élément de fibre à température constante | Amplitude et cinétique des variations de longueur de la fibres |

| Technique | Principe général de la mesure | Paramètre mesuré |
|--|---|---|
| Temps critique de dissolution dans | a) phénol pur à 60°C b) mélanges tétrachloréthane-phénol en diverses proportions et à différentes températures selon GACEN et CANAL ARIAS (cf. Bull. Sc. ITF 5, n° 17 (Fév. 1976)) | Temps de solubilisation dit TCD Log TCD (ou TCD) à deux températures et à deux concentrations de phénol dans le tétrachloréthane |
| Microporosité | Méthode "Stone et Scallan" Dans l'eau à 130°C | Courbe de distribution en grandeur des pores |
| Chromatographie inversée | La matière textile sert de support chromatographique (Phase stationnaire) dans une colonne traversée par un composé gazeux connu | Volume de rétention Forme du pic de rétention |
| Analyse enthalpique différentielle - DSC | 3 vitesses de chauffage à 4°C/min - 16°C/min - 32°C/min | Températures : . fusion . transitions diverses |
| Analyse thermique différentielle - DTA | 3 vitesses de chauffage 4°C/min - 10°C/min - 20°C/min | Pics caractéristiques |
| Thermogravimétrie | 3 vitesses de chauffage 15°C/min - 50 C/min - 100°C/min dans un courant d'air de 10 cm 3/min | Courbe de perte de masse en fonction de la température de chauffage |
| Analyse thermo-mécanique - TMA | | Courbe de variation de longueur en fonction de la température de chauffage |
| Module sonore | | Vitesse du son à travers matière soumise à vibration |

Chacune de ces méthodes permet de déterminer une ou plusieurs caractéristiques, ce qui a conduit en définitive à en mesurer 61. Parmi elles, les principales figurent dans les tableaux ci-après.

2. Résultats

| | TEMOIN | | | | | 190°C - 1 g | | | | | 215°C - 1 g | | | | | 190°C - 10 g | | | | | 215°C - 10 g | | | | |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|--------|--------|--------|--------|-------------|--------|--------|--------|--------|--------------|--------|--------|--------|--------|--------------|--------|--------|--------|--------|
| | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB |
| Poids moléculaire M | 10 300 | 10 200 | 12 600 | 11 300 | 10 800 | 10 200 | 10 200 | 12 500 | 11 200 | 11 000 | 10 600 | 10 200 | 12 100 | 10 800 | 11 000 | 10 500 | 10 400 | 12 300 | 11 000 | 11 000 | 10 600 | 10 700 | 12 300 | 11 100 | 11 100 |
| Diffraction R.X. Grand angle | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| a) cristallinité % | 53 | 42 | 58 | 42 | 49 | 66 | 73 | 75 | 62 | 75 | 73 | 67 | 77 | 68 | 67 | 73 | 68 | 72 | 72 | 72 | 78 | 74 | 83 | 75 | 71 |
| b) orientation % | 91 | 91 | 93 | 92 | 92 | 91 | 91 | 93 | 92 | 92 | 91 | 91 | 93 | 92 | 92 | 93 | 94 | 94 | 94 | 93 | 93 | 94 | 95 | 94 | 93 |
| Spectro IR | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| a) indice cristallinité (1) | 2,02 | 2,01 | 2,20 | 2,03 | 2,20 | 2,04 | 2,04 | 2,22 | 2,10 | 2,23 | 2,17 | 2,05 | 2,30 | 2,14 | 2,24 | 2,46 | 2,54 | 2,42 | 2,55 | 2,48 | 2,42 | 2,57 | 2,41 | 2,59 | 2,50 |
| b) Fact. orientation (2) | ±0,06 | ±0,06 | ±0,10 | ±0,09 | ±0,10 | 0,07 | 0,06 | 0,07 | 0,09 | 0,10 | 0,09 | 0,07 | 0,10 | 0,05 | 0,06 | 0,06 | 0,05 | 0,06 | 0,09 | 0,09 | 0,08 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 |
| | 0,52 | 0,52 | 0,49 | 0,55 | 0,55 | 0,53 | 0,50 | 0,56 | 0,57 | 0,56 | 0,54 | 0,53 | 0,56 | 0,57 | 0,60 | 0,62 | 0,65 | 0,61 | 0,66 | 0,68 | 0,62 | 0,67 | 0,62 | 0,68 | 0,68 |
| | ±0,03 | ±0,03 | ±0,03 | ±0,03 | ±0,04 | 0,04 | 0,05 | 0,03 | 0,04 | 0,06 | 0,04 | 0,03 | 0,04 | 0,03 | 0,03 | 0,04 | 0,05 | 0,05 | 0,03 | 0,03 | 0,06 | 0,06 | 0,06 | 0,03 | 0,03 |
| Dichroïsme | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Indice dichroïque % | 17-38 | 39-46 | 58-66 | 30-45 | 55-67 | 5-23 | 14-25 | 44-58 | 0,2-21 | 13-46 | 16-33 | 9-28 | 40-55 | 7-25 | 13-45 | 4-23 | 14-25 | 50-60 | 4-24 | 28-54 | 13-27 | 9-27 | 51-69 | 10-12 | 35-63 |
| Birefringence (3) | 0,20 | 0,21 | 0,21 | 0,23 | 0,21 | 0,20 | 0,21 | 0,19 | 0,22 | 0,21 | 0,20 | 0,21 | 0,19 | 0,21 | 0,19 | 0,21 | 0,23 | 0,22 | 0,22 | 0,23 | 0,23 | 0,23 | 0,22 | 0,22 | 0,23 |
| n.10 ⁴ (= 592 nm) | 1672 | 1712 | 1821 | 1806 | 1794 | 1665 | 1681 | 1726 | 1696 | 1695 | 1625 | 1661 | 1721 | 1685 | 1684 | 1824 | 1856 | 1891 | 1854 | 1863 | 1830 | 1876 | 1896 | 1839 | 1851 |
| écart-standard | 12 | 11 | 8 | 13 | 5 | 9 | 8 | 4 | 7 | 5 | 12 | 3 | 4 | 9 | 7 | 9 | 7 | 6 | 7 | 8 | 11 | 4 | 7 | 6 | 9 |
| Rétraction en milieu liq. retrait % en CH ₂ Cl ₂ chloroforme 90-phénol 10 à 35°C sous 8,5 g | 16,4 | 19,6 | 16,2 | 22,6 | 20,3 | 3,5 | 4,5 | 5,1 | 4,5 | 3,5 | 3,2 | 3,6 | 5,0 | 5,0 | 5,6 | 9,9 | 9,3 | 12,0 | 10,2 | 10,3 | 8,8 | 7,4 | 10,1 | 8,2 | 10,4 |
| R % | 24,19 | 25,83 | 24,18 | 31,18 | 34,96 | 4,96 | 4,38 | 8,06 | 6,06 | 7,80 | 3,62 | 4,12 | 5,62 | 4,88 | 9,24 | 12,54 | 5,32 | 7,72 | 12,94 | 14,62 | 9,62 | 4,50 | 6,08 | 10,92 | 14,54 |
| temps (sec) pour inflexion courbe t | 87,7 | 44,1 | 300,6 | 42,5 | 60,3 | 1473,4 | 2210,8 | 1832,8 | 2050,2 | 2234,6 | 1374,4 | 1511,4 | 2550,8 | 1752,6 | 1285,0 | 1809,2 | 2192,0 | 1528,8 | 2201,2 | 2380,8 | 2136,6 | 2163,6 | 1710,0 | 2177,8 | 1936,8 |
| log t | 1,943 | 1,644 | 2,478 | 1,628 | 1,780 | 3,168 | 3,345 | 3,263 | 3,312 | 3,349 | 3,138 | 3,175 | 3,407 | 3,244 | 3,109 | 3,257 | 3,341 | 3,184 | 3,343 | 3,377 | 3,330 | 3,335 | 3,233 | 3,338 | 3,286 |
| Facteur d'orientation(4) | 6,85 | 6,52 | 7,05 | 7,13 | 7,89 | 3,96 | 3,82 | 5,13 | 4,48 | 5,11 | 3,38 | 3,62 | 4,06 | 4,02 | 5,36 | 6,39 | 4,22 | 4,96 | 6,58 | 7,03 | 5,66 | 3,87 | 4,44 | 6,040 | 6,91 |
| Indice de cristallinité (5) | 3,53 | 3,96 | 3,12 | 4,38 | 4,43 | 1,25 | 1,14 | 1,57 | 1,35 | 1,53 | 1,15 | 1,14 | 1,28 | 1,23 | 1,72 | 1,96 | 1,26 | 1,56 | 1,97 | 2,08 | 1,70 | 1,16 | 1,37 | 1,81 | 2,10 |

(1) rapport des densités optiques de 2 raies caractéristiques (en cm⁻¹) $\frac{D_{845}}{D_{795}}$

(2) calculé selon la formule $f = \frac{2(1-R)}{R+2}$ avec $R = \frac{D_{795}(\text{parallèle})}{D_{795}(\text{perpendiculaire})}$

(3) calculé selon la formule $(n_{\text{parallèle}} - n_{\text{perpendiculaire}}) \times \text{épaisseur}$

(4) calculé selon la formule $f_a = k (R \log t)^{1/2}$

(5) calculé selon la formule $1 - x = k \left(\frac{R}{\log t} \right)^{1/2}$

| | TENNOIN | | | | | 190°C - 1 g | | | | | 215°C - 1 g | | | | | 190°C - 10 g | | | | | 215°C - 10 g | | | | | |
|--|---------|--------|--------|--------|--------|-------------|--------|--------|--------|--------|-------------|--------|--------|--------|--------|--------------|--------|--------|--------|--------|--------------|--------|--------|--------|--------|--|
| | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | |
| CALORIMETRIE | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| "DSC" | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Point de fusion | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| à 4°C/minute | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| pic de fusion °C | 256 | 259 | 259 | 262 | 258 | 255 | 257 | 259 | 255 | 260 | - | 259 | 257 | 257 | 262 | 255 | 257 | 260 | 256 | 260 | 252 | 259 | 261 | 260 | 263 | |
| début de fusion °C | 247 | 245 | 249 | 251 | 247 | 249 | 239 | 252 | 249 | 232 | - | 250 | 247 | 247 | 234 | 249 | 248 | 248 | 237 | 242 | 248 | 249 | 250 | 244 | 253 | |
| à 16°C/minute | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| pic de fusion °C | 259 | 261 | 262 | 259 | - | 258 | 260 | - | 262 | - | 258 | 257 | 259 | 263 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| début de fusion °C | 230 | 239 | 247 | 250 | - | 229 | 235 | - | 237 | - | 237 | 239 | 240 | 244 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| à 32°C/minute | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| pic de fusion °C | 260 | 264 | 260 | 262 | - | 261 | 264 | 261 | 262 | - | 262 | 264 | 260 | 262 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| début de fusion °C | 241 | 243 | 234 | 205 | - | 226 | 237 | 231 | 220 | - | 241 | 235 | 237 | 200 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| "DTA" | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Fusion | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| à 4°C/minute °C | - | - | 237 | 226 | 232 | - | 226 | 232 | - | 215 | - | 232 | 232 | 237 | 237 | 237 | 226 | 215 | 248 | 248 | 237 | 221 | 221 | 254 | 218 | |
| à 10°C/minute °C | 237 | 226 | 221 | 226 | - | 226 | 215 | 221 | 221 | - | 226 | 215 | 215 | 221 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| à 20°C/minute °C | 237 | 215 | - | 215 | - | 226 | - | 197 | 204 | - | 210 | 221 | 204 | 204 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| Dégradation | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| à 4°C/minute °C | 456 | 443 | 466 | 456 | 447 | 447 | 443 | 452 | - | 443 | 447 | 447 | 456 | 456 | 452 | 438 | 456 | 443 | 459 | 461 | 447 | 443 | 447 | 466 | 461 | |
| à 10°C/minute °C | 494 | 512 | 475 | 484 | - | 484 | 494 | 494 | 484 | - | 503 | 475 | 475 | 494 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| à 20°C/minute °C | 539 | 530 | 466 | 521 | - | 584 | 521 | 503 | 521 | - | 539 | 548 | 503 | 512 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| "TG" | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| début de dégradation | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| à 15°C/minute °C | 371 | 371 | 391 | 391 | 400 | 371 | 371 | 381 | 386 | 396 | 371 | 371 | 381 | 400 | 400 | 400 | 331 | 420 | 371 | 376 | 410 | 396 | 386 | 371 | 376 | |
| à 50°C/minute °C | 391 | 391 | - | - | - | 391 | 391 | - | - | - | 391 | 391 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| à 100°C/minute °C | 411 | 420 | 415 | 410 | 400 | 411 | 420 | - | 410 | 400 | 411 | 420 | 381 | 410 | 400 | 448 | 423 | 410 | 400 | 410 | 444 | 410 | 410 | 400 | 410 | |
| MODULE SONIQUE g/den | 154,7 | 160,0 | 180,4 | 180,1 | 177,0 | 120,9 | 127,1 | 137,5 | 133,0 | 130,5 | 122,4 | 124,8 | 130,4 | 132,0 | 133,0 | 182,9 | 181,5 | 194,7 | 193,2 | 180,1 | 185,7 | 187,2 | 196,2 | 188,7 | 182,0 | |
| DIAMETRE DE FIBRE | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ø en microns | 22,6 | 22,7 | 24,1 | 23,6 | 24,1 | 23,1 | 23,6 | 24,5 | 24,1 | 24,7 | 23,3 | 23,6 | 24,5 | 24,2 | 24,6 | 21,4 | 21,5 | 22,6 | 22,8 | 22,6 | 21,2 | 21,1 | 23,1 | 22,6 | 22,5 | |
| écart standard | 0,2 | 0,2 | 0,1 | 0,3 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,4 | 0,4 | 0,1 | 0,2 | 0,1 | 0,4 | 0,3 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,1 | 0,2 | 0,2 | 0,1 | |
| DENSITE | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| d | 1,3826 | 1,3788 | 1,3793 | 1,3777 | 1,3812 | 1,3981 | 1,3957 | 1,3970 | 1,3961 | 1,3968 | 1,4010 | 1,4002 | 1,3983 | 1,3968 | 1,3954 | 1,3968 | 1,3960 | 1,3974 | 1,3944 | 1,3984 | 1,3983 | 1,3977 | 1,3996 | 1,3968 | 1,3976 | |
| écart standard | 1,3824 | 7 | 5 | 9 | 5 | 7 | 14 | 2 | 1 | 5 | 8 | 8 | 8 | 4 | 6 | 5 | 0 | 2 | 4 | 6 | 7 | 4 | 2 | 3 | 3 | |
| MICROPOROSITE | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 10 ⁻² .cm ³ /g ⁻¹ | 12 | 6,2 | 6,9 | 3,7 | 6,1 | 12 | 9,2 | 7,9 | 9,1 | 11 | 14 | 12 | 9,4 | 7,3 | 17 | 15 | 13 | 14 | 11 | 11 | 21 | 9,7 | 13 | 13 | 12 | |
| Absorption atom. | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Mn | - | 99 | - | 31 | 32 | - | 93 | - | 31 | 32 | - | 96 | - | 30 | 29 | | | | | | | | | | | |
| mg/kg Zn | 5 | 5 | 5 | 35 | 25 | 4 | 4 | 4 | 35 | 26 | 4 | 5 | 5 | 35 | 25 | | | | | | | | | | | |
| Sb | 190 | 150 | 250 | 180 | 95 | 170 | 140 | 230 | 180 | 115 | 180 | 160 | 240 | 180 | 112 | | | | | | | | | | | |

| | TEMOIN | | | | | 190°C - 1 g | | | | | 215°C - 1 g | | | | | 190°C - 10 g | | | | | 215°C - 10 g | | | | |
|---|---------------------|---------|---------|---------|---------|-------------|---------|---------|---------|---------|-------------|---------|---------|---------|---------|--------------|---------|---------|---------|---------|--------------|---------|---------|---------|---------|
| | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB |
| NICROPOROSITE 10 ⁻² .cm ³ /g ⁻¹ | 12 | 6,2 | 6,9 | 3,7 | 6,1 | 12 | 9,2 | 7,9 | 9,1 | 11 | 14 | 12 | 9,4 | 7,3 | 17 | 15 | 13 | 14 | 11 | 11 | 21 | 9,7 | 13 | 13 | 12 |
| OLIGOMERES - de surface % - totaux | indos. ^N | indos. | indos. | indos. | indos. | 0,027 | 0,032 | 0,031 | 0,047 | 0,040 | 0,026 | 0,037 | 0,013 | 0,014 | 0,032 | 0,030 | 0,036 | 0,029 | 0,037 | 0,038 | 0,029 | 0,040 | 0,024 | 0,023 | 0,040 |
| méthode spectrale % | 1,25 | 1,41 | 1,19 | 1,32 | 1,38 | 0,49 | 0,42 | 0,50 | 0,67 | 0,66 | 0,83 | 0,56 | 0,41 | 0,56 | 0,95 | 1,12 | 0,85 | 1,09 | 1,10 | 1,18 | 0,64 | 0,25 | 1,04 | 0,80 | 1,12 |
| méthode pondérale % | 1,39 | 1,36 | 1,19 | 1,32 | 1,36 | 0,58 | 0,39 | 0,47 | 0,65 | 0,61 | 0,81 | 0,51 | 0,36 | 0,53 | 0,93 | 0,97 | 0,78 | 1,11 | 1,05 | 1,14 | 0,67 | 0,21 | 1,02 | 0,75 | 1,12 |
| TEINTURE % colorant fixé A. Colliton Sc. Red A chaud + carrier moyen Ecart standard | 12,2 | 10,6 | 7,8 | 9,8 | 9,4 | 9,6 | 7,4 | 6,9 | 6,8 | 7,3 | 12,4 | 11,0 | 8,5 | 9,1 | 8,4 | 6,2 | 5,0 | 6,6 | 5,6 | 5,8 | 6,6 | 5,2 | 5,9 | 5,9 | 6,2 |
| B. Astrazon rosa de CH ₂ Cl ₂ - écart stand. | 0,2 | 0,1 | 0,3 | 0,2 | 0,5 | 0,1 | 0,0 | 0,1 | 0,0 | 0,4 | 0,2 | 0,2 | 0,4 | 0,1 | 0,2 | 0,0 | 0,2 | 0,3 | 0,1 | 0,1 | 0,6 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,1 |
| C ₁ . Resolin Mar. Blue Température ambiante | 1,32 | 1,80 | 0,23 | 0,86 | 0,63 | 0,11 | 0,12 | 0,02 | 0,04 | 0,02 | 0,13 | 0,10 | 0,02 | 0,04 | 0,02 | 0,03 | 0,15 | 0,16 | 0,11 | 0,10 | 0,02 | 0,09 | 0,08 | 0,08 | 0,15 |
| C ₂ A chaud + carrier | 0,05 | 0,11 | 0,02 | 0,07 | 0,07 | 0,03 | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,01 | 0,02 | 0,00 | 0,01 | 0,01 | 0,00 | 0,02 | 0,03 | 0,00 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,00 | 0,01 |
| | 1,70 | 0,70 | 0,64 | 0,63 | 0,46 | 1,19 | 0,50 | 0,50 | 0,61 | 0,26 | 0,65 | 0,55 | 0,57 | 0,58 | 0,30 | 0,56 | 0,55 | 0,43 | 0,79 | 0,71 | 0,53 | 0,54 | 0,34 | 1,03 | 0,57 |
| | 0,18 | 0,07 | 0,02 | 0,05 | 0,01 | 0,10 | 0,01 | 0,05 | 0,06 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,04 | 0,05 | 0,03 | 0,04 | 0,03 | 0,01 | 0,09 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,10 | 0,05 |
| | 16,0 | 14,2 | 9,0 | 11,8 | 12,0 | 11,6 | 7,4 | 6,3 | 6,8 | 7,3 | 15,0 | 11,3 | 8,2 | 9,1 | 7,3 | 5,9 | 5,5 | 5,7 | 5,0 | 5,0 | 5,9 | 5,3 | 6,4 | 6,9 | 5,1 |
| | 0,3 | 0,1 | 0,2 | 0,1 | 0,5 | 0,3 | 0,3 | 0,4 | 0,3 | 1,0 | 0,0 | 0,0 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,3 | 0,3 | 0,0 | 0,3 | 0,0 | 0,2 | 0,1 | 0,5 | 0,4 | 0,1 |
| TEMPS CRITIQUE DE DISSOLUTION a) phénol à 60°C, sec | 4,6-4,7 | 3,9-4,0 | 146-142 | 7,4-7,5 | 7,8-7,8 | 47-48 | 53-53 | 80-83 | 81-83 | 50-50 | 70-79 | 81-81 | 98-101 | 105-114 | 41-42 | 25-28 | 43-44 | 40-45 | 44-47 | 86-101 | 47-48 | 50-55 | 62-66 | 60-65 | 64-86 |
| 1. mesures TMO | 4,8-5,4 | 4,8-5,4 | 142-158 | 8,0-8,8 | 118-150 | 123-133 | 169-178 | 216-237 | 194-204 | 180-195 | 168-187 | 177-193 | 255-277 | 225-237 | 145-158 | 116-136 | 186-212 | 169-185 | 213-236 | 229-238 | 204-226 | 263-285 | 226-241 | 247-267 | 197-208 |
| 2. mesures MILAN | 5,5 | 5,3 | 17 | 8,6 | 11,8 | 147 | 195 | 271 | 272 | 273 | 186 | 239 | 345 | 330 | 205 | 205 | 268 | 243 | 330 | 362 | 248 | 360 | 363 | 383 | 321 |
| 3. mesures ITP-Lyon | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| b) dans phénol 80/CH ₂ Cl ₂ 20 ITP-Lyon à 60°C | 2,5 | 2,9 | 13,5 | 4,3 | 6,6 | 168 | 173 | 260 | 203 | 193 | 162 | 186 | 259 | 235 | 156 | 143 | 219 | 290 | 237 | 227 | 151 | 232 | 261 | 282 | 190 |
| c) dans phénol 80/C ₂ H ₂ Cl ₄ 20 pente de la droite : log TCD : f (tempér.) pente coefficient de co corrélacion | -0,090 | -0,142 | -0,126 | -0,085 | -0,101 | -0,204 | -0,177 | -0,167 | -0,168 | -0,182 | -0,174 | -0,172 | -0,165 | -0,174 | -0,188 | -0,121 | -0,145 | -0,152 | -0,171 | -0,123 | -0,119 | -0,135 | -0,117 | -0,131 | -0,198 |
| | (0,698) | (0,946) | (0,965) | (0,614) | (0,947) | (0,992) | (0,997) | (0,949) | (0,997) | (0,995) | (0,999) | (0,999) | (0,982) | (0,993) | (0,994) | (0,956) | (0,926) | (0,955) | (0,935) | (0,976) | (0,880) | (0,938) | (0,933) | (0,918) | (0,978) |

| | TEMOIN | | | | | 190°C - 1 g | | | | | 215°C - 1 g | | | | | 190°C - 10 g | | | | | 215°C - 10 g | | | | | | | |
|-----------------------------------|---------------------|----------|--------------|----------------------------|------------------------|------------------|----------|--------------|----------------------------|------------------------|------------------|----------|--------------|----------------------------|------------------------|------------------|----------|--------------|----------------------------|------------------------|------------------|----------|--------------|----------------------------|------------------------|------|------|--|
| | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | MF | RPT | ICI | EGA | EGB | | | |
| PROPRIETES MECANIQUES | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Charge rupture g | 25,6 | 27,2 | 40,7 | 31,2 | 30,8 | 26,8 | 27,6 | 37,2 | 32,9 | 32,4 | 26,8 | 27,2 | 39,2 | 32,6 | 32,6 | 28,8 | 29,2 | 38,2 | 34,0 | 34,0 | 29,8 | 30,0 | 40,0 | 35,2 | 34,4 | 28,0 | 28,0 | |
| Allongement rupture % | 36,8 | 39,4 | 19,1 | 27,0 | 27,4 | 43,0 | 34,0 | 26,8 | 34,1 | 32,4 | 40,0 | 35,2 | 28,0 | 33,1 | 33,4 | 17,4 | 15,2 | 17,6 | 17,2 | 17,4 | 15,6 | 15,2 | 17,2 | 17,2 | 20,0 | 17,4 | 17,4 | |
| Energie de rupture (erg/g) | 471 | 536 | 390 | 421 | 422 | 576 | 469 | 498 | 561 | 525 | 536 | 479 | 549 | 539 | 544 | 251 | 222 | 336 | 292 | 296 | 232 | 228 | 344 | 303 | 344 | 251 | 222 | |
| Angle de récupération | 89,0 | 83,3 | 82,3 | 77,3 | 82,0 | 129,1 | 127,4 | 118,1 | 123,8 | 125,7 | 124,7 | 124,7 | 115,5 | 120,6 | 119,8 | 97,5 | 96,4 | 82,2 | 92,5 | 93,2 | 93,1 | 96,1 | 84,7 | 90,7 | 91,2 | 97,5 | 96,4 | |
| Ecart standard | 0,8 | 1,0 | 0,7 | 0,6 | 0,7 | 0,6 | 0,6 | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,6 | 0,5 | 0,5 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,7 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,7 | 0,7 | 0,5 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | |
| CYCLES CHARGE/ ALLONGEMENT | Allgt effectif % | Charge g | Stress decay | Récupération élast. imméd. | Déformation permanente | Allgt effectif % | Charge g | Stress decay | Récupération élast. imméd. | Déformation permanente | Allgt effectif % | Charge g | Stress decay | Récupération élast. imméd. | Déformation permanente | Allgt effectif % | Charge g | Stress decay | Récupération élast. imméd. | Déformation permanente | Allgt effectif % | Charge g | Stress decay | Récupération élast. imméd. | Déformation permanente | | | |
| 1. MORTEFIBRE | Allongement nominal | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 % | 1,8 | 7,0 | 0,5 | 1,7 | 0,2 | 1,8 | 5,9 | 0,9 | 1,8 | 0,2 | 1,9 | 5,9 | 1,0 | 1,7 | 0,2 | 1,9 | 6,9 | 0,4 | 1,8 | 0,1 | 2,0 | 7,1 | 0,5 | 1,8 | 0,1 | 2,0 | 7,1 | |
| 5 % | 4,9 | 14,9 | 1,7 | 4,1 | 0,4 | 4,9 | 9,5 | 1,7 | 3,5 | 0,8 | 4,8 | 9,5 | 1,4 | 3,5 | 0,8 | 4,9 | 17,5 | 0,8 | 5,4 | 0,1 | 4,8 | 16,6 | 0,4 | 4,5 | 0,2 | 4,8 | 16,6 | |
| 10 % | 9,6 | 19,6 | 3,9 | 5,4 | 3,0 | 9,6 | 15,0 | 2,4 | 5,1 | 2,9 | 9,7 | 15,9 | 2,5 | 5,6 | 2,9 | 9,7 | 26,3 | 4,3 | 6,7 | 2,0 | 9,7 | 27,8 | 4,3 | 6,8 | 2,0 | 9,7 | 27,8 | |
| 15 % | 14,7 | 20,3 | 4,5 | 6,1 | 7,2 | 14,8 | 19,5 | 3,4 | 6,6 | 6,6 | 14,6 | 19,6 | 3,3 | 6,6 | 6,6 | 14,5 | 27,8 | 5,4 | 7,5 | 5,7 | 14,5 | 28,7 | 5,1 | 7,6 | 5,6 | 14,5 | 28,7 | |
| 20 % | 19,7 | 21,8 | 5,2 | 6,3 | 11,6 | 19,7 | 22,6 | 4,4 | 7,1 | 10,6 | 19,7 | 22,1 | 4,1 | 7,2 | 10,7 | 19,6 | 28,1 | 6,0 | 7,6 | 10,4 | - | - | - | - | - | - | - | |
| 25 % | 24,9 | 23,8 | 5,7 | 6,8 | 16,0 | 24,8 | 24,1 | 5,0 | 7,6 | 15,0 | 24,9 | 24,4 | 4,8 | 7,4 | 15,2 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| 2. RHONE POULENC TEXTILE | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 % | 1,9 | 7,2 | 0,6 | 1,8 | 0,2 | 1,9 | 6,1 | 0,9 | 1,8 | 0,2 | 1,9 | 6,2 | 1,0 | 1,9 | 0,2 | 2,0 | 7,8 | 0,5 | 1,8 | 0,1 | 2,0 | 7,6 | 0,6 | 1,9 | 0,1 | 2,0 | 7,6 | |
| 5 % | 4,8 | 14,8 | 2,1 | 3,9 | 0,5 | 4,8 | 9,9 | 1,7 | 3,6 | 0,7 | 4,8 | 9,7 | 1,6 | 3,5 | 0,8 | 4,7 | 18,1 | 0,8 | 4,5 | 0,1 | 4,7 | 16,8 | 0,4 | 4,4 | 0,1 | 4,7 | 16,8 | |
| 10 % | 9,7 | 19,8 | 4,5 | 5,1 | 3,4 | 9,8 | 16,5 | 2,7 | 5,5 | 3,0 | 9,8 | 16,0 | 2,6 | 5,5 | 3,1 | 9,8 | 27,6 | 4,7 | 6,7 | 2,1 | 9,8 | 27,0 | 4,3 | 6,7 | 2,0 | 9,8 | 27,0 | |
| 15 % | 14,5 | 20,9 | 5,1 | 5,5 | 7,6 | 14,6 | 21,2 | 3,8 | 6,5 | 6,5 | 14,6 | 20,8 | 3,5 | 6,8 | 6,4 | 14,5 | 30,2 | 5,9 | 7,6 | 5,6 | 14,3 | 29,2 | 5,6 | 6,9 | 5,6 | 14,3 | 29,2 | |
| 20 % | 19,7 | 23,1 | 5,8 | 6,1 | 11,7 | 19,6 | 23,7 | 4,8 | 7,0 | 10,6 | 19,6 | 24,0 | 4,5 | 7,1 | 10,5 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| 25 % | 24,8 | 23,9 | 6,3 | 6,4 | 16,4 | 24,9 | 24,4 | 5,1 | 7,2 | 15,4 | 24,8 | 25,3 | 5,0 | 7,6 | 15,0 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| 3. ICI | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 % | 1,8 | 7,3 | 0,8 | 1,6 | 0,1 | 1,8 | 6,8 | 1,1 | 1,6 | 0,1 | 1,8 | 6,2 | 1,0 | 1,6 | 0,1 | 2,0 | 8,5 | 0,5 | 1,8 | 0,1 | 2,0 | 8,6 | 0,6 | 1,8 | 0,1 | 2,0 | 8,6 | |
| 5 % | 4,9 | 17,2 | 0,7 | 4,2 | 0,4 | 5,0 | 10,4 | 2,1 | 2,2 | 0,9 | 4,9 | 10,1 | 1,9 | 3,2 | 0,8 | 4,7 | 19,7 | 0,8 | 4,4 | 0,1 | 4,7 | 19,8 | 0,6 | 4,4 | 0,1 | 4,7 | 19,8 | |
| 10 % | 9,6 | 30,5 | 4,8 | 6,7 | 2,0 | 9,8 | 16,4 | 2,6 | 5,0 | 3,5 | 9,7 | 16,9 | 2,5 | 5,0 | 3,3 | 9,7 | 32,4 | 5,1 | 7,1 | 1,6 | 9,7 | 33,7 | 5,1 | 7,0 | 1,7 | 9,7 | 33,7 | |
| 15 % | 14,8 | 36,2 | 6,9 | 7,8 | 5,5 | 14,8 | 27,4 | 3,8 | 7,3 | 6,0 | 14,6 | 25,2 | 3,9 | 7,1 | 6,0 | 14,4 | 36,6 | 6,9 | 8,1 | 4,9 | 14,6 | 39,7 | 7,0 | 8,3 | 4,8 | 14,6 | 39,7 | |
| 20 % | 19,9 | 39,4 | 8,6 | 8,3 | 9,5 | 19,8 | 34,2 | 6,2 | 8,2 | 9,6 | 19,9 | 32,6 | 5,9 | 8,2 | 9,8 | 19,6 | 37,2 | 8,0 | 8,8 | 8,8 | 19,0 | 43,6 | 8,8 | 8,8 | 8,4 | 19,0 | 43,6 | |
| 25 % | 24,8 | 37,6 | 8,8 | 8,8 | 14,0 | 24,6 | 36,2 | 7,3 | 8,8 | 13,6 | 24,6 | 35,2 | 7,0 | 8,8 | 13,6 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| 4. ENKA GLANZSTOFF A | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 % | 1,8 | 8,1 | 0,8 | 1,6 | 0,0 | 1,8 | 6,4 | 1,0 | 1,7 | 0,1 | 1,8 | 6,4 | 1,0 | 1,6 | 0,1 | 2,0 | 8,4 | 0,6 | 1,8 | 0,1 | 1,9 | 8,0 | 0,7 | 1,8 | 0,1 | 1,9 | 8,0 | |
| 5 % | 4,9 | 17,5 | 2,2 | 4,2 | 0,4 | 4,9 | 10,5 | 2,0 | 3,4 | 0,8 | 5,0 | 10,4 | 2,0 | 3,4 | 0,8 | 4,9 | 19,4 | 0,8 | 4,5 | 0,2 | 4,9 | 18,8 | 0,7 | 4,5 | 0,2 | 4,9 | 18,8 | |
| 10 % | 9,7 | 23,6 | 5,3 | 5,4 | 3,0 | 9,6 | 16,2 | 2,7 | 5,1 | 3,1 | 9,8 | 18,0 | 2,8 | 5,4 | 3,2 | 9,7 | 29,8 | 4,7 | 6,7 | 1,9 | 9,8 | 30,7 | 4,7 | 6,9 | 2,0 | 9,8 | 30,7 | |
| 15 % | 14,6 | 27,0 | 6,6 | 6,5 | 6,7 | 14,7 | 24,0 | 4,1 | 6,9 | 6,4 | 14,6 | 24,0 | 4,0 | 6,8 | 6,4 | 14,8 | 33,1 | 6,4 | 7,8 | 5,5 | 14,8 | 33,3 | 6,1 | 7,8 | 5,6 | 14,8 | 33,3 | |
| 20 % | 20,0 | 28,5 | 7,4 | 7,0 | 11,2 | 19,9 | 29,2 | 5,7 | 7,8 | 10,3 | 20,0 | 28,8 | 5,5 | 7,6 | 10,4 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| 25 % | 24,7 | 30,7 | 7,9 | 7,6 | 15,1 | 24,6 | 31,3 | 6,6 | 8,0 | 14,5 | 24,7 | 30,7 | 6,1 | 8,3 | 14,4 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| 5. E.C. DIOLEN B | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 % | 1,9 | 8,6 | 0,8 | 1,8 | 0,1 | 2,0 | 6,5 | 1,1 | 1,7 | 0,2 | 2,0 | 6,6 | 1,2 | 1,7 | 0,1 | 2,0 | 8,2 | 0,4 | 1,8 | 0,1 | 1,9 | 8,1 | 0,6 | 1,8 | 0,1 | 1,9 | 8,1 | |
| 5 % | 4,8 | 17,6 | 2,0 | 4,2 | 0,2 | 4,8 | 10,2 | 2,0 | 3,4 | 0,7 | 4,7 | 10,2 | 2,0 | 3,2 | 0,7 | 4,8 | 19,6 | 0,8 | 4,5 | 0,2 | 4,8 | 18,7 | 0,8 | 4,4 | 0,2 | 4,8 | 18,7 | |
| 10 % | 9,8 | 24,3 | 5,2 | 5,6 | 3,0 | 9,8 | 16,5 | 2,7 | 5,1 | 3,4 | 9,7 | 17,1 | 2,8 | 5,0 | 3,3 | 9,7 | 30,0 | 4,8 | 6,8 | 1,9 | 9,7 | 29,1 | 4,8 | 6,7 | 2,0 | 9,7 | 29,1 | |
| 15 % | 14,6 | 27,1 | 6,4 | 6,4 | 6,8 | 14,6 | 23,9 | 4,0 | 6,8 | 6,3 | 14,6 | 24,3 | 4,0 | 6,8 | 6,4 | 14,7 | 33,4 | 6,4 | 7,6 | 5,6 | 14,6 | 32,7 | 6,3 | 7,5 | 5,6 | 14,6 | 32,7 | |
| 20 % | 19,9 | 29,0 | 7,4 | 6,8 | 11,2 | 20,0 | 27,9 | 5,5 | 7,4 | 10,6 | 20,0 | 29,3 | 5,8 | 7,6 | 10,4 | 19,6 | 35,2 | 7,6 | 8,0 | 9,6 | 19,5 | 34,9 | 7,6 | 8,0 | 9,8 | 19,5 | 34,9 | |
| 25 % | 24,5 | 30,9 | 7,8 | 7,4 | 15,1 | 24,8 | 31,3 | 6,6 | 8,0 | 14,8 | 24,6 | 31,2 | 6,5 | 8,0 | 14,5 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |

3. Commentaires des résultats

3.1. Comparaison entre les matières

Les témoins se subdivisent en trois groupes principaux :

- . MF et RPT
- . EGA et EGB
- . ICI

.MF et RPT sont très voisins aussi bien en morphologie (même diamètre de filament) qu'en propriétés de toutes natures (à quelques rares exceptions comme la microporosité)

.EGA et EGB présentent plus de différences entre eux, et par certains points, EGA se rapprocherait du groupe MF et RPT, tandis que EGB ressemblerait plus à ICI

.ICI diffère des quatre autres par des caractéristiques essentielles comme le poids moléculaire, le diamètre de filament et vraisemblablement par un taux d'étirement de filature plus élevé, ce qui se traduit par des propriétés mécaniques très divergentes charge de rupture plus faible, ainsi que par une cristallinité générale plus forte correspondant à une "tincoriabilité" plus faible.

Nonobstant ces divergences de caractéristiques des témoins, une conclusion importante s'impose :

- . pour tous les échantillons traités, quel qu'en soit le groupe, l'évolution de l'ensemble des paramètres mesurés est la même.

Cette évolution est telle que :

-un traitement thermique sans tension provoque une contraction de la matière (avec augmentation du diamètre) , une plastification notable des filaments, avec abaissement du module élastique et du module sonique, la conservation de la charge de rupture et une légère augmentation de l'allongement à la rupture. La microporosité s'accroît, tandis que la teneur en oligomères totaux diminue. Le temps critique de dissolution augmente fortement, en même temps que la "cristallinité" (tant en diffraction des R.X. qu'en spectro IR)

-un traitement thermique sous tension, effectué aux mêmes températures que sans tension, donne lieu à des constatations semblables pour les paramètres influencés par un effet thermique, mais la tension agit, parfois en sens contraire, et superpose un effet d'étirement à l'effet contractant de la chaleur. Il en résulte un effet de balance entre les deux actions qui se traduit par une diminution du diamètre et une évolution des propriétés mécaniques tout à fait contraire à ce qui se passait après le traitement sans tension : augmentation notable du module élastique et du module sonique, ainsi que de la

charge de rupture ; abaissement de l'allongement à la rupture. Par contre, la microporosité continue de croître, et la diminution du taux d'oligomères totaux est ralentie. La "cristallinité" augmente fortement, mais le temps critique de dissolution, tout en augmentant par rapport au témoin non traité, ne suit pas l'augmentation de cristallinité dans ses proportions.

3.2. Etude de corrélations particulières

On s'est efforcé de confronter les paramètres mesurés deux par deux afin de faire ressortir l'existence -ou la non-existence- de corrélation. En première analyse, on s'est contenté de réaliser une étude graphique, sans effectuer de calcul de coefficients par une méthode "des moindres carrés" sur des courbes possibles de régression. Ensuite les dits coefficients ont été calculés (tableau ci-après). La méthode graphique a confirmé le sens et la valeur des corrélations éventuelles.

Coefficients de corrélations en 100 r

| | Densité | Crist. (RX) | TCD | Contr. CH ₂ Cl ₂ | Module (10 % e1) | Biréfr. Δ μ | Module sonique | Or. (RX) | Indice crist. | Teinture véhicul. Res+ Cell. | Contr. LIRA | Energie de contr. |
|--|---------|-------------|-----|--|------------------|-------------|----------------|----------|---------------|------------------------------|-------------|-------------------|
| Densité | 100 | 90 | 91 | -87 | - 6 | 0 | -20 | 28 | 42 | -48 | -52 | -72 |
| Cristal. RX | 90 | 100 | 84 | -74 | 18 | 22 | 2 | 51 | 58 | -63 | -31 | -56 |
| T C D | 91 | 84 | 100 | -86 | - 8 | -1 | -26 | 29 | 36 | -53 | -50 | -71 |
| Contr. CH ₂ Cl ₂ | -87 | -74 | -86 | 100 | 44 | 39 | 59 | 5 | -7 | 26 | 78 | 94 |
| Module | - 6 | 18 | -8 | 44 | 100 | 95 | 96 | 81 | 76 | -55 | 74 | 64 |
| Biréfringence | 0 | 22 | -1 | 39 | 95 | 100 | 95 | 87 | 81 | -69 | 73 | 61 |
| Module sonique | -20 | 2 | -26 | 59 | 96 | 95 | 100 | 76 | 72 | -49 | 81 | 76 |
| Or. RX | 28 | 51 | 29 | 5 | 81 | 87 | 76 | 100 | 88 | -79 | 48 | 28 |
| Indice crist. | 42 | 58 | 36 | -7 | 76 | 81 | 72 | 88 | 100 | -81 | 41 | 19 |
| Teinture véhic. | -48 | -63 | -53 | 26 | -55 | -69 | -49 | -79 | -81 | 100 | -23 | 2 |
| Contraction | -52 | -31 | -50 | 78 | 74 | 73 | 81 | 48 | 41 | -23 | 100 | 93 |
| Energie de cont. | -72 | -56 | -71 | 94 | 64 | 61 | 76 | 28 | 19 | 2 | 93 | 100 |

3.2.1. Régression entre propriétés tinctoriales et certains paramètres

On a noté surtout avec le colorant Celliton Sc. Red, à chaud avec carrier, une relativement bonne corrélation négative entre le taux de colorant et l'indice de cristallinité mesuré par spectro IR. Par matière individuelle, la corrélation devient excellente. On observera que, dans les traitements sans tension, l'effet de la température est plus marqué que dans les traitements sous tension. On peut avancer une théorie explicative, qui serait liée à l'orientation moyenne de la matière, laquelle deviendrait plus faible lorsque la température de l'effet thermique est plus élevée.

De nouveaux essais effectués avec les colorants suivants :

- . bleu dispersé BR (CI 56) molécule de faible encombrement
- . rouge palanil BEL (CI 92) molécule encombrante

indiquent que :

- . d'une part, on trouve une assez bonne corrélation entre les quantités de colorants bleu et rouge fixés : la quantité de colorant bleu est systématiquement et sensiblement supérieure d'un facteur 2,8 à celle du colorant rouge
- . d'autre part, et d'une manière plus précise, le thermofixage a généralement pour effet d'abaisser la quantité de colorant fixé et plus particulièrement avec le colorant rouge
- . enfin, en ce qui concerne les fibres non traitées on retrouve le classement prévisible par ordre d'affinité tinctoriale décroissante :
MF > RP > EGA > EGB > ICI.

3.2.2. Corrélation entre microporosité et teneur en oligomères

On note une assez bonne corrélation dans le cas où les échantillons ont été soumis à un traitement thermique, en excluant le cas des témoins. Le témoin renferme, en tout état de cause, le maximum d'oligomères totaux. Le traitement à 190° sans tension provoque une augmentation de microporosité et une baisse de la teneur en oligomères. On peut admettre que le traitement thermique provoque une augmentation de microporosité en même temps qu'il entraîne une perte en oligomères, probablement par migration et sublimation. L'action de la chaleur, sans tension, est versatile. En général, la microporosité augmente lorsque la température augmente, mais la teneur en oligomère peut soit augmenter, soit diminuer.

On peut expliquer ces phénomènes en se référant à l'origine des augmentations de microporosité par effet thermique. Cette création de micropores provient de la dislocation des édifices microfibrillaires, à la fois très rectilignes et orientés dans les témoins. La distorsion des fibrilles par le traitement thermique provoque l'ouverture des interstices entre fibrilles, sous une forme isotrope. Les micropores tendent à devenir plus sphériques et communiquants, ce qui permet le rassemblement des oligomères et leur exsudation vers

l'extérieur ; on note d'ailleurs une teneur assez sensible d'oligomères de surface.

3.2.3. Corrélation Teinture/Temps critique de dissolution

On note une régression linéaire négative, avec un coefficient de corrélation acceptable. Ceci rapproche le temps critique de dissolution de la cristallinité IR, le sens des courbes de régression avec la prise de colorant étant le même. Il existe effectivement une régression linéaire positive, à relativement faible coefficient de corrélation générale, entre TCD (phénol-tétrachloréthane) et l'Indice de cristallinité IR. Mais le TCD a fait l'objet par la suite d'une étude plus approfondie, dont il sera fait état.

3.2.4. Corrélations entre mesures de cristallinité

- a. cristallinité "géométrique", liée à la disposition d'atomes de même nature dans de mêmes plans de diffraction des RX. Ce sont les techniques de diffraction des RX aux grands ou aux petits angles qui permettent de mesurer ce paramètre.
- b. cristallinité "thermodynamique" liée aux forces de cohésion intermoléculaires, quelle que soit la disposition géométrique relative des segments moléculaires entrant en jeu.

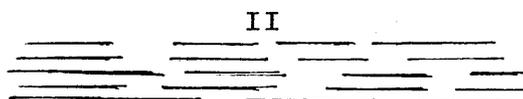
Ce sont les techniques de mesure de ces forces de cohésion (spectro IR; calorimétrie différentielle, thermoanalyse ; analyse thermomécanique ; temps critique de dissolution ; etc...) qui permettent l'approche de ce paramètre.

Les différents paramètres ainsi déterminés peuvent être parfois en bonne corrélation directe. Le plus souvent, il n'existe pas (ou peu) de corrélation, comme le font comprendre ces deux schémas :



macromolécules distordues mais parallèles :

- . pas de cristallinité RX
- . forte cristallinité thermodynamique (cas des polymères dits "amorphes" non étirés)



macromolécules linéaires et parallèles, mais à nombreux "trous de cohésion"

- . bonne cristallinité RX, surtout aux grands angles
- . mauvaise cristallinité thermodynamique, les zones d'intercohésion latérale étant raréfiées (cas des fils fortement étirés).

On remarquera qu'un effet thermique, appliqué à l'état II tend à le faire revenir à la forme I, d'autant plus que les molécules en cause ont une structure entropique initiale fortement repliée

Cela étant, il était intéressant d'étudier l'état de corrélation des résultats obtenus selon diverses techniques, et tout d'abord celle entre cristallinité RX et cristallinité IR. La corrélation générale, compte tenu de l'ensemble des échantillons, entre la cristallinité RX % et l'indice de cristallinité IR, n'est pas très bonne (elle est évaluée à 58 %). Elle n'est pas meilleure si l'on considère chaque matière individuellement. Elle apparaîtrait la meilleure pour les filaments ICI, ce qui confirme l'hypothèse exposée, puisque le produit ICI est déjà, au départ, plus cristallin et plus orienté que les quatre autres. On peut également considérer comme preuve le fait que la corrélation générale apparaît meilleure dans le cas des échantillons traités sous tension.

Pour chaque technique, il était intéressant d'examiner corrélativement les variations de cristallinité et d'orientation. En diffraction RX, cette corrélation est mauvaise (coef. : 50 %). Elle est nettement meilleure en spectrographie IR.

Il est surprenant de constater que cette corrélation est positive, c'est-à-dire qu'après effet thermique, à la fois l'indice cristallin et le facteur d'orientation augmentent, même dans le cas des traitements sans tension. On note le même phénomène en appliquant la rétraction en milieu liquide. Ce phénomène se trouve en contradiction avec l'évolution des propriétés mécaniques après traitement sans tension, lequel engendre une plastification de la matière en relation directe avec la désorientation générale de la structure.

3.2.5. Corrélations liées aux mesures de rétraction

Il en ressort plusieurs conclusions intéressantes :

- a. la corrélation entre retrait thermique (Analyse thermomécanique: TMA) et retrait en milieu liquide (RML) est très bonne - à part peut-être en ce qui concerne les échantillons témoins - . Ceci confirme ce que l'on savait déjà par d'autres études, en particulier en spectro IR sur l'action comparée des solvants et de la chaleur,
- b. en TMA, la corrélation entre retrait % et énergie de contraction est excellente,
- c. en TMA, la corrélation entre la contraction % et le temps critique de dissolution et celle entre contraction % et prise de colorant, sont inexistantes, mais il semble exister une corrélation de faible coefficient entre contraction en milieu liquide et prise du même colorant ; néanmoins, dans ce dernier cas, les cas individuels permettent de voir un même comportement général des cinq matières : un traitement thermique sans tension provoque un abaissement du % de retrait thermique et une faible baisse de tinctoriabilité ;

un traitement thermique avec tension diminue très peu - voire augmente, pour MF - le taux de retrait thermique mais abaisse fortement la tinctoriabilité, ces phénomènes étant de moindre amplitude pour ICI,
- d. en RML, on note une excellente corrélation entre les mesures de

retrait effectuées dans le dichlorométhane et celles exécutées dans un mélange à 90 % chloroforme - 10 % phénol. Dans cette dernière méthode les mesures RML permettent d'étudier la corrélation entre un indice de cristallinité et un facteur d'orientation déterminés sur matériau identique. Mis à part les échantillons témoins, on note une corrélation positive (à près de 100%) entre cristallinité et orientation. Le fort coefficient de corrélation peut sans doute être attribué au fait que les deux facteurs sont des expressions numériques calculées à partir d'une même valeur paramétrique,

- e. il est apparu utile d'étudier s'il existait une corrélation entre le retrait thermique et la microporosité, pour autant que l'on puisse attribuer la formation de micropores à une dislocation de la structure macrofibrillaire sous l'effet de la déformation des macromolécules. La corrélation générale est inexistante. Les corrélations établies par matière individuelle montrent une meilleure homogénéité tout en rendant manifeste un comportement particulier, différant d'un type de matière à l'autre.

Sauf le cas MF, pour lequel la microporosité initiale est la plus volumineuse, un effet thermique sans tension provoque une forte baisse du retrait thermique (lequel s'est produit en partie au cours du traitement thermique préparatoire) pour une augmentation relativement faible du volume des micropores. La température de traitement ne semble pas influencer outre mesure. Au contraire, un traitement thermique réalisé sous tension, diminue beaucoup moins (voire augmente légèrement dans le cas de MF) le retrait, alors que la microporosité totale a tendance à augmenter plus que lors du traitement sans tension.

3.2.6. Cristallinité et module sonore

Il a été noté que le module sonore et le module élastique initial calculé à partir des courbes dynamométriques évoluent en excellente corrélation (coef. 96 %). On sait, par ailleurs, que ces modules sont en bonne corrélation avec la "cristallinité" de la matière (coef. 71 à 76 %). Il apparaissait donc intéressant d'étudier comment évoluaient corrélativement ces paramètres. La corrélation est, ici encore, mieux établie entre le module sonore et l'indice de cristallinité infra-rouge. Si l'on se réfère à chaque matière individuelle, on observe un comportement structural tout à fait identique pour tous les types de matière ; on retrouve aussi un classement en trois groupes, l'échantillon ICI nettement à part. On remarquera en particulier, surtout par spectro IR, la ressemblance nette entre MF, RPT, EGA, d'une part, ICI et EGB d'autre part.

Dans tous les cas, l'effet thermique sans tension provoque un fort abaissement du module sonore, alors que le traitement sous tension se traduit par un surétirement avec augmentation simultanée du module sonore (faiblement) et de la cristallinité (fortement).

Remarques dignes d'intérêt :

- par effet thermique sans tension la cristallinité "géométrique" augmente beaucoup plus fortement que la cristallinité "thermodynamique"

. la température du traitement thermique ne joue aucun rôle dans les présents essais.

3.2.7. Dichroïsme en lumière visible

On observe une grande dispersion des résultats avec une forte hétérogénéité à courte période, tant en ce qui concerne le dichroïsme en lumière polarisée, qu'en ce qui touche au diamètre de filament. Cette hétérogénéité tend à augmenter après le traitement thermique, comme le démontre l'augmentation de l'étendue ("range") des mesures. On ne peut donc utiliser un tel paramètre pour un éventuel contrôle industriel.

3.2.8. Analyses thermiques (sauf TMA)

Ces analyses sont intéressantes à considérer du point de vue scientifique, mais elles n'apportent aucun élément exploitable du point de vue contrôle industriel.

ICI se singularise comme dans d'autres cas. Le point de fusion est en général un peu plus élevé, ce qui peut traduire le poids moléculaire plus élevé.

D'un point de vue général, la température correspondant au pic de fusion tend à baisser après application de l'effet thermique sans tension; elle augmenterait après effet thermique sous tension, sans doute à cause de l'effet de surétirage. Le phénomène est d'autant mieux visible que le gradient de température de chauffage est plus faible, ce qui traduit l'effet de recuit dû à la lenteur de l'échauffement.

3.2.9. Densité et diamètre

On n'observe pas de corrélation entre les variations de densité et de diamètre, notamment après un effet thermique sans tension où l'on constate, dans tous les cas, une augmentation à la fois de la densité et du diamètre.

Il y a lieu de souligner le comportement parfaitement homogène des cinq matières expérimentées, où seules des différences d'intensité dans les variations constatées discriminent les divers types de matières.

On notera plus particulièrement :

- . une augmentation très forte de la densité par effet thermique, la surtension ne semblant pas intervenir tandis que la quantité de chaleur appliquée (ou la température) la plus élevée correspond à l'augmentation la plus forte de densité,
- . quelle que soit la densité du témoin, le traitement thermique tend à uniformiser la densité finale,
- . le diamètre du filament augmente par effet thermique sans tension, alors qu'il diminue fortement après traitement sous tension. Dans le premier cas, on a affaire à un retrait longitudinal provoquant un gonflement latéral ; dans le second cas, on parfait l'étirement de filature.

3.3. Conclusions

Les paramètres qui sont en corrélation et qui méritent d'être pris en considération sont :

- .la cristallinité - qui ne peut être malheureusement mesurée à l'aide d'une méthode simple. La cristallinité "thermodynamique" est à préférer à la cristallinité "géométrique",
- .le temps critique de dissolution : est un paramètre à retenir. La méthode correspondante est développée ci-après,
- .la tinctoriabilité : sous réserve d'un choix judicieux des colorants (dimension moléculaire) et des conditions de teinture (avec ou sans carrier) ce test doit également être retenu comme méthode de contrôle industrielle; cette méthode est également développée ci-après,
- .ces premières conclusions, confirmées par la suite par les essais interlaboratoires ont été particulièrement testées lors de la troisième année d'exécution du contrat. Les mesures de retrait thermique, bien que d'un intérêt considérable, comme il ressort du paragraphe e), ne paraissaient pas pouvoir être effectuées commodément, jusqu'à l'apparition lors de la dernière année d'une méthode et d'un équipement prototype mis au point à l'ITF pour des travaux hors contrat. La méthode correspondante a été proposée et adoptée ; elle consiste en la mesure à la continue du paramètre du retrait thermique sur fil. Elle est également développée ci-après.

1. Temps de dissolution critique

1.1. Principe

Il s'agit de mesurer le temps qu'il faut à un échantillon de fil soumis à une tension donnée, à une température déterminée et plongé dans un liquide approprié, pour se rompre.

1.2. Conditions opératoires

.Solvant

Les essais sont réalisés dans un mélange de phénol-tétrachloréthane (80-20)

.Température

La température de réalisation de l'essai est de 60° C

.Echantillons

Les essais sont réalisés sur des fils (en non des monofilaments) de 20 cm de longueur, avec lesquels on forme des boucles de diamètre le plus régulier possible (environ 5 cm). La régularité des boucles peut être obtenue en utilisant un tube cylindrique de 5 cm de diamètre pour les réaliser.

.Tension

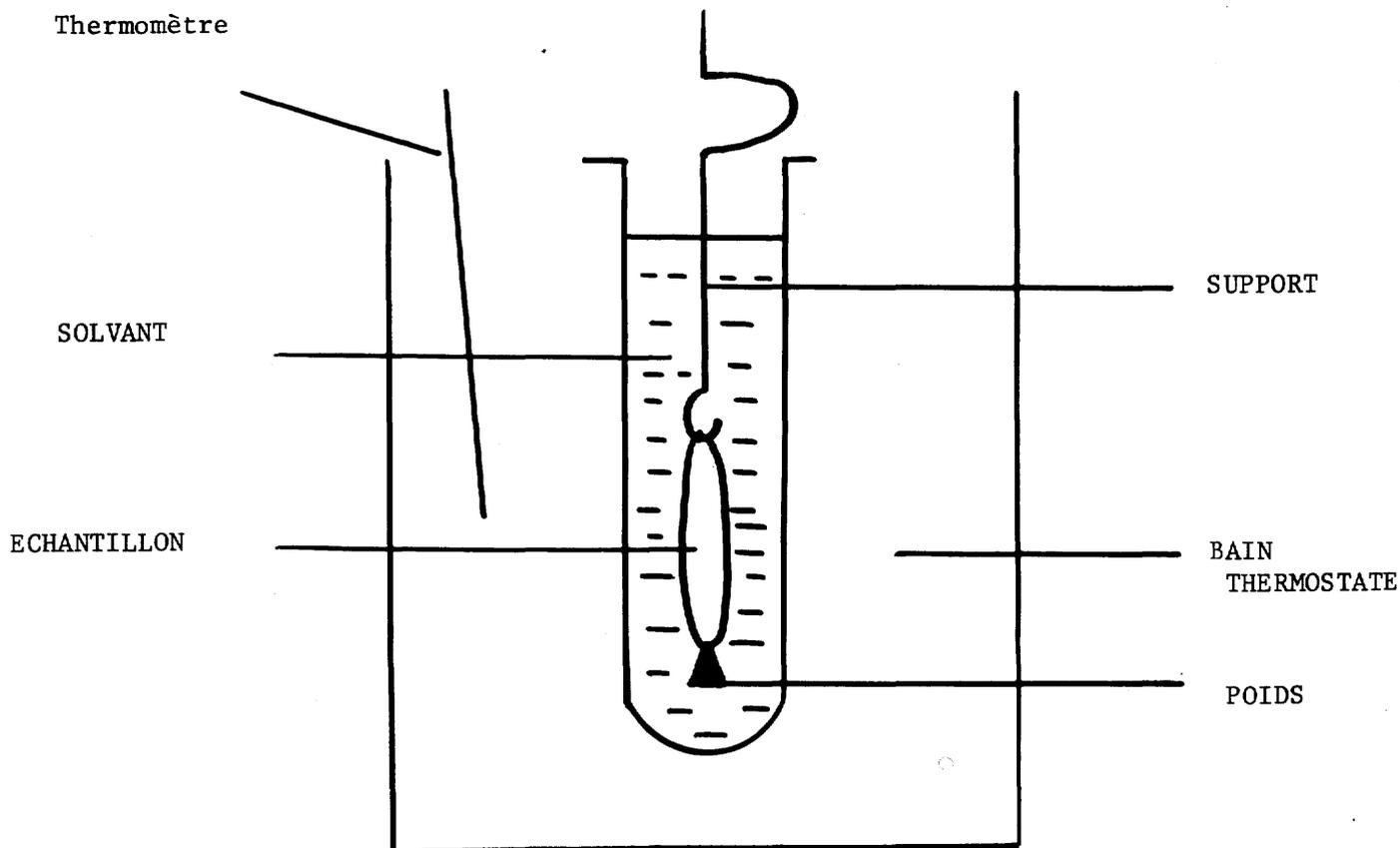
La tension exercée sur la boucle est de 0,005 g/dtex

.Mesure des temps

Les temps sont mesurés à l'aide d'un chronomètre au 1/10 de seconde.

1.3. Appareillage et méthode d'essai

Chaque échantillon est plongé dans le mélange phénol-tétrachloréthane contenu dans un tube à essai et maintenu de telle façon qu'il soit complètement immergé dans le solvant. Le dispositif pourrait être de la forme suivante :



Le dispositif de suspension du fil et le poids exerçant la tension sont réalisés en acier inoxydable.

Le tube à essai est plongé dans un bain thermostaté à $\pm 0,1^{\circ}$ C. La température du mélange phénol-tétrachloréthane est contrôlée, à l'aide d'un thermomètre au 1/10 de degré, juste avant immersion de l'échantillon.

Le chronomètre est déclenché dès que la boucle est entièrement immergée et arrêté lorsque le petit poids tombe au fond du tube à essai.

L'essai est répété de façon à obtenir au moins 10 valeurs significatives. Nous avons constaté en effet que dans certains cas, il se produit un important allongement de l'éprouvette, les temps de rupture sont alors très élevés. Ces valeurs ne sont pas prises en compte pour déterminer les 10 résultats significatifs. Le temps de dissolution critique est la moyenne de 10 mesures significatives. Il est exprimé en secondes et 1/10 de seconde.

1.4. Résultats

1.4.1. Fils à l'état initial

| Laboratoires | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | |
|--------------|-----|-------|-------|------|------|------|
| Matières | | obs.1 | obs.2 | | | |
| MF | 2,8 | 3,3 | 4,1 | 2,5 | 4,2 | 2,5 |
| RPT | 3,1 | 2,8 | 3,4 | 2,9 | 4,3 | 2,9 |
| ICI | 8,0 | 8,8 | 12,5 | 13,5 | 13,7 | 13,5 |
| EGA | 4,6 | 3,9 | 5,0 | 4,3 | 6,2 | 4,3 |
| EGB | 5,6 | 5,5 | 6,6 | 6,6 | 11,2 | 6,6 |

Ces temps (en secondes) , bien que courts, sont en bon accord d'un laboratoire à l'autre. Les écarts peuvent s'expliquer par l'inhomogénéité des prélèvements. Quelques essais complémentaires ont été faits soit en diminuant la température, soit en modifiant la concentration du mélange afin d'accroître les temps critiques.

Résultats en utilisant le même mélange (80-20 en phénol-TCE) et des températures différentes

| | 50°C | 40°C |
|-----|------|------|
| MF | 6,6 | 11,3 |
| RPT | 6,1 | 10,8 |
| ICI | 27 | 57 |
| EGA | 8,6 | 14,8 |
| EGB | 23,5 | 47 |

Résultats en conservant la température de 60° C mais en prenant comme concentration 90 TCE-10 phénol

| | MF | RPT | ICI | EGA | EGB |
|----------------------|------|-------|-------|-------|-------|
| Moyenne (10 mesures) | 9,95 | 10,35 | 86,65 | 17,70 | 30,40 |
| CV % | 8,5 | 5,7 | 14,00 | 4,3 | 25,0 |
| LPE \pm | 0,60 | 0,40 | 9,0 | 0,55 | 5,40 |
| LPE % | 6,10 | 4,1 | 10,4 | 3,10 | 17,80 |
| Log TCD | 0,99 | 1,01 | 1,94 | 1,25 | 1,48 |

On constatera que l'une et l'autre des 2 modifications n'accroissent pas sensiblement le pouvoir discriminatoire de la méthode mais confirme au contraire parfaitement les résultats initiaux.

Remarques générales pour obtenir des résultats reproductibles

En utilisant la technique proposée on a pu noter l'importance de la pureté du phénol : le laboratoire n° 1 a bien montré qu'avec le phénol pur, le TCD peut varier du simple au triple sur un même échantillon suivant qu'on utilise un réactif vieux (oxydé et coloré en rose) ou fraîchement distillé... L'écart existe aussi mais il est beaucoup moins important dans le cas du mélange phénol-TCE 80-20. Par contre le TCD obtenu en phénol pur n'est pratiquement pas influencé par la présence de faibles quantités d'eau.

1.4.2. Fils traités thermiquement

| Conditions | | 1 g/tex | | 10 g/tex | |
|------------|------|---------|--------|----------|--------|
| Echant. | Lab. | 190° C | 215° C | 190° C | 215° C |
| MF | 1 | 93 | 130 | 78 | 140 |
| | 2 | 115 | 137 | 135 | 164 |
| | 3 | 168 | 162 | 143 | 151 |
| RPT | 1 | 137 | 122 | 115 | 171 |
| | 2 | 142 | 167 | 148 | 206 |
| | 3 | 173 | 186 | 219 | 232 |
| ICI | 1 | 174 | 209 | 147 | 166 |
| | 2 | 179 | 200 | 159 | 166 |
| | 3 | 260 | 259 | 193 | 261 |
| EGA | 1 | 174 | 199 | 108 | 162 |
| | 2 | 165 | 191 | 167 | 206 |
| | 3 | 203 | 235 | 237 | 282 |
| EGB | 1 | 156 | 135 | 207 | 147 |
| | 2 | 170 | 136 | 203 | 139 |
| | 3 | 193 | 150 | 227 | 190 |

Dans le cas des chiffres du laboratoire 2, il s'agit de la moyenne des résultats de 2 observateurs ayant travaillé indépendamment. Une analyse de corrélation entre les résultats du laboratoire 1 et ceux du laboratoire 2 a montré des résultats satisfaisants et les écarts les plus importants entre ces 2 laboratoires coïncident très nettement avec les écarts maximum entre les 2 observateurs du laboratoire 2. Quand on compare avec les chiffres du laboratoire 3 on constate que la corrélation est moins bonne ; il apparaît que tous ces phénomènes traduisent l'hétérogénéité des prélèvements.

1.5. Variantes de la méthode

Ce travail a été fait en raison de la législation néerlandaise qui exclut l'emploi du 1122 TCE.

1.5.1. Remplacement du TCE par le Pérchloréthylène (PER)

Un essai a été fait par le laboratoire 2 avec un mélange 80 phénol-20PER à 60° C. Ce mélange indique un TCD de 134 secondes (comparer avec les résultats du tableau du paragraphe 1.4.2.), avec le fil RPT thermo-fixé à 190° C sous 1 g/tex.

1.5.2. Emploi de l'acide sulfurique

Les essais du laboratoire 1 montrent que le TCD est très sensible à la concentration en acide mais que les évolutions relatives aux différents filaments sont assez semblables. La comparaison avec les essais effectués au laboratoire 2 porte sur le seul échantillon ICI : pour le fil témoin, les valeurs de 16,8 secondes à 85,9 % H₂SO₄ et de 7,6 secondes pour 87,0 % de H₂SO₄ sont à comparer au chiffre de 8 secondes à 80 % de H₂SO₄. Les écarts sont vraisemblablement du même ordre qu'avec les mélanges à base de phénol.

Il apparaît toutefois que la concentration en acide joue un rôle considérable dans le résultat et est aussi contraignante que les conditions portant sur la pureté du phénol ou sur la concentration du mélange phénol-TCE.

1.6. Validité de la technique du TCD

Il s'agit en fait d'une technique très simple de mise en oeuvre, mais qui concerne d'une manière fort complexe l'ensemble des caractéristiques morphologiques, structurales et physicochimiques. Le mélange de solvants (ou le solvant unique) pénètre en priorité dans les zones les plus désordonnées, amorphes et désorientées. Il se produit un abaissement de la température de transition vitreuse qui peut aller jusqu'à l'induction d'un phénomène de recristallisation. Cette cristallisation diminue l'accessibilité de la structure de sorte qu'il apparaît une compétition entre celle-ci et la mise en solution progressive des zones les plus désordonnées. Si la structure initiale n'est pas trop cristalline et que la vitesse de cristallisation reste limitée - ce qui dépend essentiellement de la température de l'essai - la mise en solution des parties les plus accessibles prendra le pas sur la cristallisation, ce qui conduira à la rupture.

Ce schéma permet de concevoir assez bien qu'une modification extrêmement minime des paramètres - par exemple une fibre un peu plus orientée qu'une autre - peut conduire à une inversion du comportement, c'est-à-dire à une cristallisation prenant le pas sur la mise en solution et la fibre ne casse alors plus.

Les travaux déjà nombreux entrepris sur la méthode (1, 2) ont montré qu'il était possible de mettre en évidence de très petites différences dans l'intensité du traitement thermique et ainsi de caractériser un degré de thermostabilisation.

1.7. Conclusions

Dans l'étude présente, le temps critique de dissolution s'est révélé comme une excellente méthode pour caractériser les échantillons non traités thermiquement. C'est ainsi que les 3 familles constituées par le couple RPT-MF, la fibre ICI à l'autre extrême et le couple EGA-EGB intermédiaire, sont apparues très nettement.

Les derniers essais ont montré que les temps de dissolution pouvaient être amenés à des valeurs commodes (au minimum de 10 secondes), soit en choisissant judicieusement la composition Phénol-TCE soit en abaissant la température. Avec des temps très courts pour les échantillons les plus accessibles (MF et RPT), les résultats interlaboratoires sont en très bon accord. Le principe de la méthode proposée (mélange phénol-TCE) est donc recommandé, de préférence à celle du phénol pur qui apparaît plus délicate en raison de l'influence importante de l'état d'oxydation de ce réactif. Les précautions d'utilisation, telles que l'ajustement précis du poids tenseur au titre du fil, n'apparaissent pas indispensables.

L'observation des anomalies par exemple (éprouvettes ne cassant pas ou subissant un retrait initial, etc...) peut être très instructive.*

En Hollande la législation exclut l'emploi du 1.1.2.2. Tétrachloréthane. Quelques essais préliminaires ont montré que la méthode pouvait être valable en remplaçant ce solvant par le Perchloréthylène, solvant d'emploi quasiment universel dans le nettoyage à sec. On a également essayé l'acide sulfurique comme milieu dissolvant, à la place du mélange Phénol-solvant chloré : le principal inconvénient de cette méthode semble être sa sensibilité très grande à la teneur en eau de l'acide.

Enfin, l'emploi de la technique du temps critique de dissolution (sous l'une ou l'autre des variantes exposées ci-dessus) pour caractériser les échantillons traités thermiquement, s'évère aussi intéressant, mais il conviendrait que chaque utilisateur procède à des étalonnages préalables : les traitements thermiques ont en effet pour conséquence d'atténuer fortement les différences entre échantillons d'origine diverse, mais aussi d'augmenter considérablement l'hétérogénéité de chaque échantillon. Pour minimiser ce deuxième type d'effet, il est indispensable de contrôler de manière extrêmement précise les conditions du traitement. Le TCD résultant comme on l'a expliqué ci-dessus, d'une compétition entre plusieurs phénomènes, s'apparente aux phénomènes de rupture et est donc plus aléatoire que par exemple le retrait qui est plus régi par des effets de moyenne.

Si la méthode, moyennant éventuellement certaines variantes pour s'adapter aux législations de certains pays, Hollande en particulier, est retenue pour en faire un projet de norme à l'échelle européenne, il paraît hautement souhaitable de relancer à bref délai, une nouvelle campagne d'essais interlaboratoires en faisant coopérer une dizaine d'organismes au minimum (au lieu de 4) et en contrôlant avec le plus grand soin l'homogénéité des échantillons traités thermiquement.

* Un appareil automatique, après la fin du contrat, a été développé par le laboratoire 3 (Bull. Scient. ITF vol. 8-n° 33 p 247-274 - 4e trimestre 1979).

2. Tinctoriabilité

2.1. Principe

Il s'agit d'une évaluation colorimétrique des intensités de nuances obtenues sur un tricot teint dans des conditions déterminées.

2.2. Conditions et modes opératoires

2.2.1. Préparation des éprouvettes

En utilisant l'ensemble des fils à examiner (en alternance) on réalise un bas dont le poids total est compris entre 200 et 300 mg.

On doit utiliser une machine à alimentation positive. L'on a utilisé la machine LAWSON mod. FAK 3,5 : tension d'alimentation 5-6 g, nr. mailles 14 par cm, cr. aiguilles 260 .

2.2.2. Teinture

Le procédé de teinture constitué par les trois phases : décreusage, teinture et savonnage, se réalise dans un appareil avec inversion de circulation du bain tous les 5 min et avec la possibilité d'opérer sur 200-300 g de bas. Le bas est enroulé sur un cylindre foré, préventivement recouvert de toile "longette" (60 cm) en évitant l'action de la tension. A la fin on couvre le bas avec 50 cm de toile "finette".

Le bain de décreusage contient : 2 g/l de carbonate de sodium et 1 g/l de tensio-actif (nous employons un produit commercial constitué par un mélange de tensio-actif anionique - non ionique). On porte le bain (rapport de bain 1:40) à 80° C et on maintient 20 min; on rince abondamment à 50° C.

2.2.2.1. Procédé A

.....

Le bain de teinture contient (en % sur le poids de la fibre)

- . 2 % colorant (100 %) "Eastman Polyester Blue G.L.F." (C.I. Disperse blue 27)
- . 2 % Carrier dichlorobenzene (100 %) (par exemple : Dilatine DB)
- . 2 % Tensio-actif de type non ionogène à base d'huile de ricin oxyéthylate.

Acide acétique jusqu'à pH = 5.

Le bain de teinture (rapport 1:40) à 50-60° C est porté à 100° C en 30 min ; on maintient le bain à cette température 60 min ; par la suite, en 20 min on refroidit à 70° C.

Le savonnage avec un bain 1 g/l de tensio-actif commence à 40° C ; on chauffe à 70° C et on maintient à cette température 20 min ; on rince enfin à chaud et à froid. Le bas est séché dans une étuve à 60° C et repassé enfin très soigneusement (pour éviter tous les effets de brillant).

Evaluation du résultat de tinctoriabilité

Chaque portion de bas est mesurée en réflectance à 620 nm.

2.2.2.2. Procédé B

Le bain de teinture contient (en % sur le poids de la fibre)

- . 1,3 % Jaune Terasil GN (Ciba) (C.I. Disperse Yellow 8)
- . 0,3 % Rose Brill. Terasil B (Ciba) (C.I. Disperse Red 91)
- . 0,4 % Blue Terasil GR (Ciba) (C.I. Disperse Blue 95)

1 g/l tensio-actif

Le bain de teinture (rapport 1:40) à 50-60°C est porté à 120°C en 30 min ; on maintient le bain à cette température pendant 60 min; par la suite, en 20 min, on refroidit à 70° C.

Le savonnage avec un bain 2 ml/l NaOH 36° Be, 2 g/l hydrosulfite et 1 g/l tensio-actif commence à 40°C ; on chauffe à 70°C et on maintient à cette température pour 20 min; on rince enfin à chaud et à froid. Le bas est séché dans une étuve à 60°C et repassé enfin très soigneusement (pour éviter tous les effets de brillant).

Evaluation du résultat de tinctoriabilité

On effectue selon la pratique d'évaluation subjective d'intensité et nuance : les portions de bas sont classées et conservées pour la comparaison inter-laboratoires.

2.3. Résultats

2.3.1. Résultats obtenus par mesure de la transmission au spectrophotomètre (BECKMANN DK-2) à 620 nm sur tricots traités selon méthode "A"

2.3.1.1. Tricots réalisés en utilisant les fils témoins et de nouveaux fils thermofixés *

Chaque tricot comportait une partie formée de fil témoin et successivement les fils thermofixés correspondants. Il a ainsi été réalisé 5 teintures différentes.

Les échantillons teints ont été examinés en transmission à 620 nm en repliant le tricot en 4.

Classement de la nuance en % de transmission croissante

| | | | | | |
|----------------|-----------------|-------------------|-------------------|-------------------|---------|
| EGB | Témoin < 210° C | 11 g/tex ≈ 210° C | 1 g/tex < 190° C | 1 g/tex | |
| transmission: | 10 | 12 | 12 | 13,5 | |
| MF | Témoin < 210° C | 1 g/tex < 190° C | 1 g/tex < 210° C | 11 g/tex | |
| transmission: | 9 | 10,1 | 11,5 | 13 | |
| ICI | Témoin < 210° C | 1 g/tex ≈ 210° C | 11 g/tex < 190° C | 11 g/tex < 190° C | 1 g/tex |
| transmission: | 12,5 | 13,4 | 14,2 | 14,9 | |
| RPT | Témoin < 210° C | 1 g/tex < 190° C | 1 g/tex < 210° C | 11 g/tex | |
| transmission: | 9,5 | 12 | 13,2 | 14 | |
| EGA | Témoin < 210° C | 1 g/tex < 210° C | 11 g/tex < 190° C | 1 g/tex | |
| transmission : | 10 | 12,9 | 14 | 14,5 | |

* Les lots initialement préparés par le laboratoire 1 à l'intention de l'ensemble des laboratoires-coopérants s'étant épuisés avant la fin du contrat, il a été nécessaire de réaliser de nouveaux traitements de thermofixage en utilisant une partie des fils témoins non traités. Ces traitements ont été réalisés dans des conditions aussi proches que possible (température, tension, durée) que celles des traitements originaux.

2.3.1.2. Tricots réalisés avec les témoins

Classement de la nuance en % de transmission croissante pour les échantillons témoins

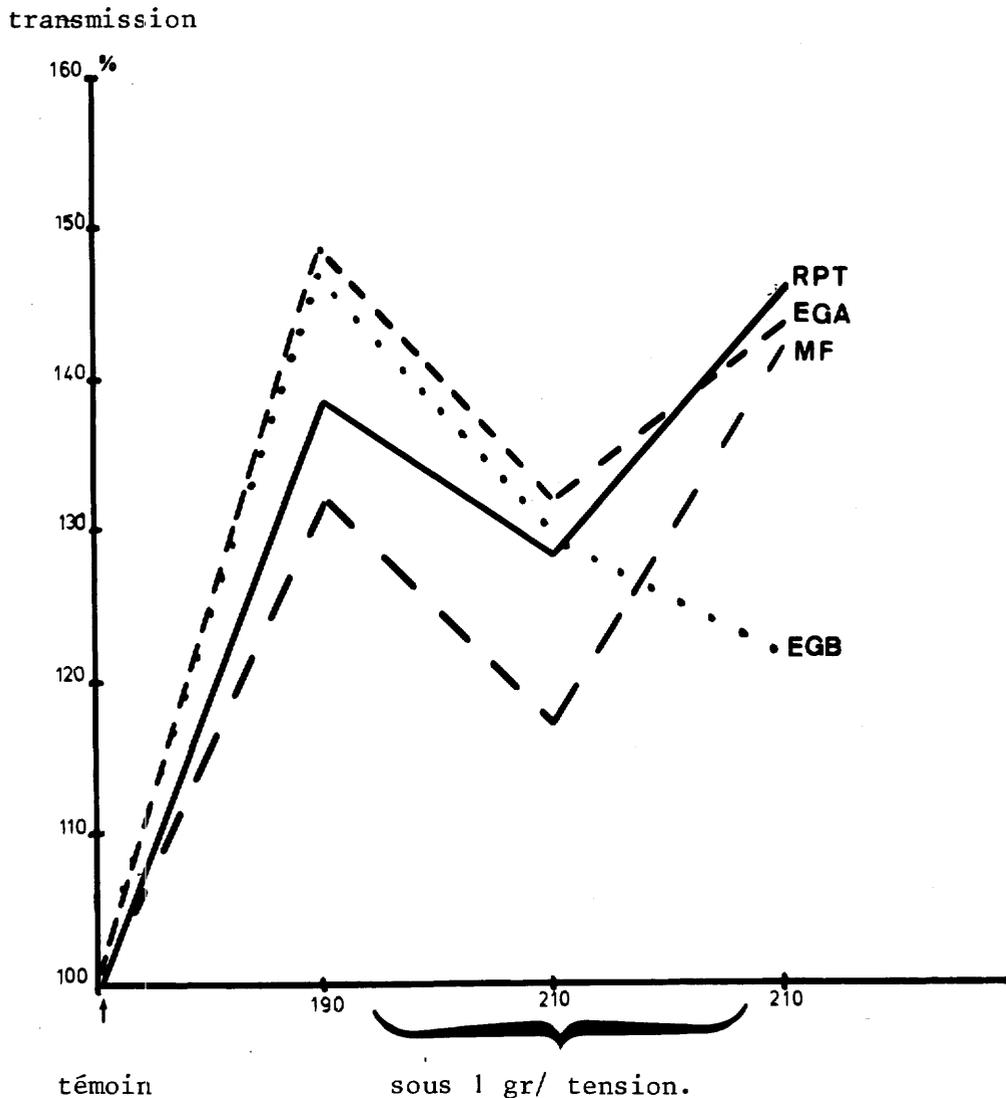
| | RPT | MF | EGA | EGB | ICI |
|--------------|------|------|-----|-----|------|
| transmission | 11,9 | 10,9 | 12 | 13 | 14,8 |

On observe une excellente corrélation avec le TCD dans le cas du tricot constitué des seuls échantillons témoins, mais les écarts entre fils témoins sont fortement "écrasés" quand la teinture est faite à partir de tricots "mixtes" (témoin et thermofixés correspondants dans le même bain).

2.3.2. Comparaison des résultats

Elle porte à la fois sur l'application du procédé de teinture et sur le rôle de la géométrie des tricots.

Les résultats du graphique joint sont en excellent accord avec les chiffres de transmission indiqués ci-dessus au paragraphe 2.3.1. et prouve la bonne reproductibilité.



Réf.: 1'échantillon non traité de chaque origine est posé égal à 100.

La comparaison entre les résultats bruts enregistrés au laboratoire 2 et ceux enregistrés au laboratoire 4 est illustrée dans le tableau ci-après.

| | | Témoin | 190°C 1 g/tex | 190°C 11 g/tex | 215°C 1 g/tex | 215°C 11 g/tex |
|-----|----------------|--------|------------------|-------------------|------------------|-------------------|
| RPT | (laboratoire 2 | 100 | 139 | | 126 | 148 |
| | (laboratoire 4 | 100 | 124 | 157 | 102 | 152 |
| MF | (laboratoire 2 | 100 | 127 | | 112 | 143 |
| | (laboratoire 4 | 100 | 125 | 142 | 102 | 147 |
| EGA | (laboratoire 2 | 100 | 145 | | 129 | 140 |
| | (laboratoire 4 | 100 | 133 | 158 | 118 | 149 |
| EGB | (laboratoire 2 | 100 | 135 | | 120 | 120 |
| | (laboratoire 4 | 100 | 127 | 142 | 117 | 132 |
| ICI | (laboratoire 2 | 100 | 129 | 114 | 107 | 107 |
| | (laboratoire 4 | 100 | 111 | 113 | 102 | 115 |

Les écarts entre résultats s'expliquent par la différence de la température pendant la thermofixation (210° C et 215° C) ou l'utilisation de différents métiers à tricoter.

On a noté que le classement des échantillons est peu affecté par le fait de teindre l'ensemble des 25 matières dans le même bain. Cela pourrait signifier que la "compétition" a lieu surtout entre échantillons témoins et échantillons thermofixés et non plus entre les différentes marques d'échantillons (sauf naturellement pour les témoins).

Cette dernière remarque est confirmée par l'observation que le classement entre matières est fortement "perturbé" par le traitement de thermofixation.

Le classement qualitatif par échelle de gris montre une excellente concordance entre les tricots du laboratoire 4 et celles du laboratoire 2, ainsi qu'entre les teintures de ces deux laboratoires, ce qui montre encore une fois que pour les échantillons, d'homogénéité bien contrôlée, la méthode apparaît parfaitement fiable.

2.4. Validité de la méthode et conclusions

Les deux procédés de teinture A et B donnent un classement des échantillons témoins qui correspond avec celui obtenu par le temps critique de dissolution. Ce qui confirme bien que la teinture fait intervenir à la fois la texture microporeuse et la structure "cristalline-amorphe".

Selon la taille de la molécule colorante et les conditions de teinture (présence ou non d'un carrier, température de traitement de teinture) on exalte l'un ou l'autre des deux paramètres de sorte que les valeurs numériques des transmissions -ou des quantités de colorants fixés- selon l'une ou l'autre des deux méthodes A et B, apportent des informations analogues à celles de la diffraction des rayons X.

Une possibilité supplémentaire est introduite par les phénomènes de compétition qui se manifestent quand on teint dans le même bain plusieurs échantillons simultanément. Ainsi on a comparé, dans le seul cas de la teinture par le procédé A, les résultats obtenus selon 3 modalités différentes :

- . ou bien, on fait 5 teintures différentes sur 5 bas constitués chacun d'un échantillon témoin et des thermofixés correspondants,
- . ou bien, on fait 5 teintures différentes sur 5 bas constitués par chacun des fils d'une même marque : les 5 témoins, puis les 5 thermofixés à 190° C sous 1 g/tex, etc...
- . ou bien enfin, on teint dans le même bain un bas constitué des 25 échantillons.

L'analyse des résultats permet de "pondérer" les rôles respectifs de la porosité et de la structure cristalline dans le phénomène de teinture (cinétique et équilibre).

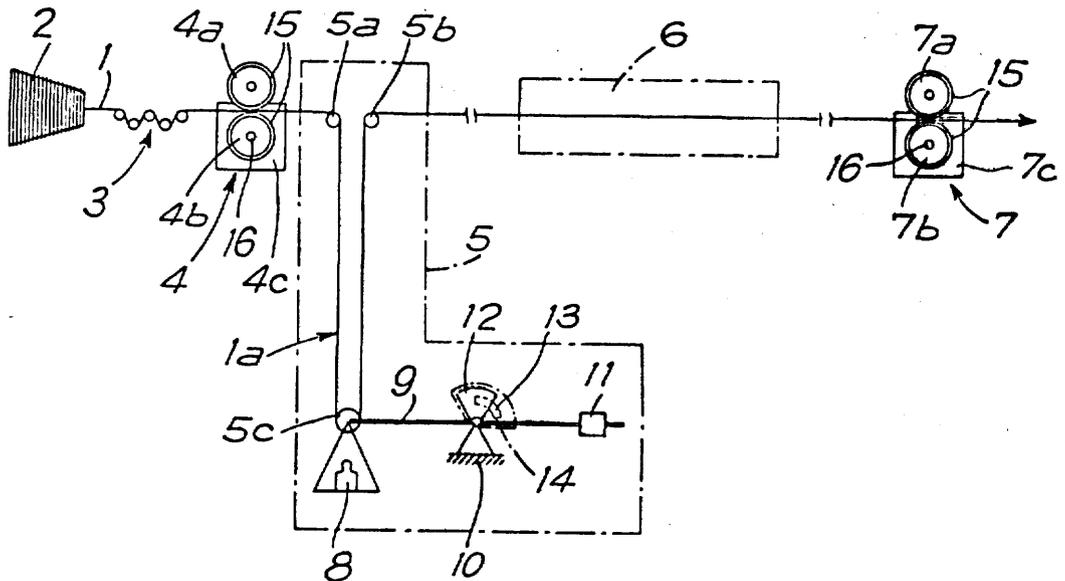
3. Mesure à la continue des paramètres du "retrait" thermique

L'appareillage décrit ci-après a été mis au point par l'ITF dans le cadre de travaux sortant du présent contrat; il a fait l'objet d'un dépôt de brevet français le 23 août 1978 sous le n° 78 24496. L'ITF a réalisé l'appareil sous forme de prototype et recherché un fabricant susceptible de l'industrialiser.

3.1. Principe

On fait défiler un fil suivant un trajet passant par deux points fixes séparés par un four ; on règle la vitesse de défilement de manière à maintenir constante la longueur de fil comprise entre les points fixes et on mesure la vitesse de défilement en chacun de ces points, le fil étant entraîné positivement. Une différence positive de vitesse traduit un allongement, une différence négative un retrait.

3.2. Appareillage et mode opératoire



Le fil 1, déroulé à la défilée d'une bobine 2, passe successivement dans un embarrage 3, puis dans un premier organe d'entraînement positif 4, puis dans un organe de tension et de contrôle de longueur 5, puis dans un four 6, avant d'être appelé par un deuxième organe d'entraînement positif 7. Les organes 4 et 7 sont à poste fixe. Grâce au fléau 9 et au contrepoids 11 et à une cellule photorésistante 13 - plus ou moins découverte par un cache triangulaire 12 - on peut :

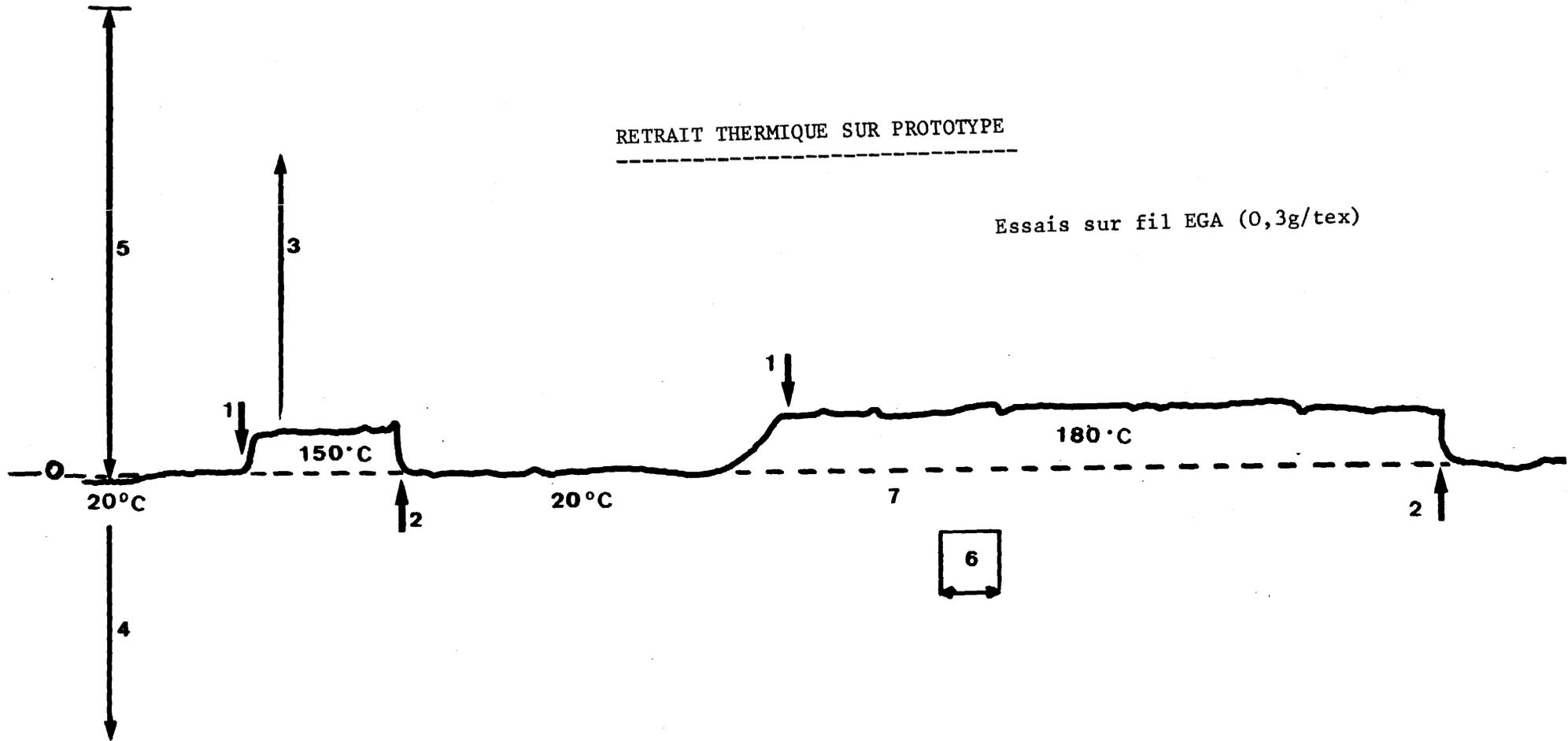
- a) appliquer une tension prédéterminée au tronçon de fil situé entre les organes 4 et 7,
- b) mesurer les variations de la longueur de ce tronçon, en mesurant la valeur chimique de la photorésistance 13 ; pour ce faire, on maintient constante la longueur de la boucle de fil 1a, ainsi que la vitesse de l'un des organes d'entraînement 7 ou 4 ; à ce moment, la mesure de la vitesse de l'autre organe d'entraînement donne directement le retrait.

3.3. Résultats

Sur le fil EGA, on a fait varier la tension entre 1 g/tex et 0,03 g/tex et la température du four de traitement a été fixée à 230° C, 200° C, 180° C, 160° C. Cela donne lieu au tableau suivant pour les valeurs de retrait :

RETRAIT THERMIQUE SUR PROTOTYPE

Essais sur fil EGA (0,3g/tex)



- 1 : arrêt du four
- 2 : chauffe du four
- 3 : retrait
- 4 : allongement.

- 5 : 100 % retrait
- 6 : 1 cm = 10 m. de fil
- 7 : retrait nul

| Températures (°C) | 230 | 200 | 180 | 160 |
|----------------------|--------|--------|------|------|
| Tensions (g/tex) | | | | |
| 0,03 | 20 % | | | |
| 0,15 | 17 % | | | |
| 0,3 | 15,5 % | 13,2 % | 13 % | 10 % |
| 0,6 | 11,8 % | 10,0 % | | |
| 1 | 8,5 % | | | |

Ces mesures ont été faites sur des longueurs de 500 mètres de fil (vitesse défilement 10 m/min).

Un enregistrement est joint à titre d'exemple,

pour ICI, on a trouvé un retrait de 12,3 % à 230° C sous 0,36 g/tex

pour RPT, on a trouvé un retrait de 12 % à 190° C sous 0,15 g/tex

pour MF, on a trouvé un retrait de 8 % à 210° C sous 0,3 g/tex

3.4. Validité de la méthode et conclusions

La mise en oeuvre de l'appareillage décrit ci-dessus n'a pu être fait qu'à ITF-Boulogne, où le prototype a été conçu et réalisé. On a vérifié la possibilité de mesurer une énergie de retrait à différentes températures pour les 5 fils à l'état initial. On a constaté que des réglages de l'appareil doivent être adaptés à chaque matière : en particulier la prétension à appliquer avant l'arrivée du fil dans la zone de mesure pour assurer une mesure continue homogène. Sous ces conditions, la méthode apparaît beaucoup plus fiable que la méthode classique d'analyse thermomécanique (TMA) plus complexe à appliquer et qui ne s'applique que sur des échantillons très courts ; la présente méthode au contraire donne des résultats moyens sur plusieurs centaines de mètres de fil et est donc plus représentative du lot étudié.

V. CONCLUSIONS GENERALES

Les résultats permettent de faire les constatations suivantes :

-l'emploi des méthodes d'investigation scientifiques a besoin d'être poursuivi pour améliorer les corrélations avec les méthodes simples sur une base plus large (nombre d'échantillons plus grand et plus diversifié). Il est recommandé que de nouveaux laboratoires s'équipent en matériel et en personnel qualifié et s'entraînent à l'utilisation de telles méthodes. L'extension de leur emploi contribuera à rapprocher les praticiens des théoriciens.

-pour aider les petites et moyennes industries, pour lesquelles l'utilisation des méthodes scientifiques est hors de portée, la mise au point de techniques simples de caractérisation s'avère nécessaire à condition toutefois de bien comprendre la corrélation de ces techniques avec les précédentes. Ces techniques simples sont en fait, pour l'essentiel, des analyses de comportement dans des conditions qui simulent celles des traitements industriels.

Le travail mené dans cette étude a conduit à dégager 3 méthodes valables pour les multifilaments de polyester.

Cependant, outre que leur transformation en normes nécessite encore beaucoup de temps et d'efforts, il ne faut pas perdre de vue que leur adaptation éventuelle à d'autres matières, par exemple le polypropylène, imposera un travail supplémentaire. Celui-ci reste à entreprendre dans le cadre d'un programme ultérieur plus substantiel.

Ces méthodes simples présentent évidemment une certaine infériorité par rapport aux méthodes scientifiques qui sont applicable à une généralité beaucoup plus grande de la description. Toutefois, malgré leur caractère partiel, les essais déjà réalisés permettent de proposer aux industriels qui le désirent, des tests simples de caractérisation : leur emploi permettra de réduire les seconds choix tant dans le domaine de la texturation du polyester que dans celui de l'ennoblissement, la teinture et le thermofixage.

L'importance et l'utilité d'un tel résultat sont mises en évidence par les deux chiffres qui suivent : la texturation du polyester représentait en 1977 un chiffre d'affaires de l'ordre de 500 millions d'UCE pour l'ensemble de la CEE et l'ennoblissement toutes fibres un chiffre 5 fois plus élevé, le polyester y occupant une place éminente.

VI.

BIBLIOGRAPHIE

Analyse thermomécanique et variation dimensionnelle

- C. LOUVEL - Bull. Scient. ITF, vol. 1, n° 4, pp 309-313 (1972)
M. LE GALL et M. SOTTON - Bull. Scient. ITF, vol. 7, n° 26 (1978)
M. JARRIGEON - Thèse Docteur Ingénieur - Lyon 1978
R. HAGEGE, DO MAU TUNG - T. Appl. Polym. Sci., vol.16, pp 1427-34 (72)
R. HAGEGE - L'Industrie Textile, n° 1033, pp 234-36 (1974)

Viscoélasticimétrie

- G. NEMOZ - 5e Conf. Euro. Plasti. Caoutch. - Juin 1978, Paris

Module sonique

- G. NEMOZ - Rev. Inst. Pasteur Lyon - 11, p. 333, 1978

Microporosité

- J. CHABERT et J. DIEMUNSCH - Bull. ITF - 99, pp. 205-266, 1962
C.M. GILES, S.N. NAKMWA - J. Appl. Chem., 12, p. 266, 1962
J.E. STONE et M. SCALLAN - Cell. Chem. Tech. - 2, p. 343, 1968

Temps critique de dissolution

- B. CHABERT, G. NEMOZ, F. PAYOT et N. VALENTIN - Bull. Scient. ITF 7, 25,
pp. 1-12, 1978

SIGLES

- TCD : Temps critique de dissolution
MF : Montefibre
RPT : Rhone Poulenc Textile
ICI : Imperial Chemical Industries
EGA : Enka Glanzstoff - demi-mat -
EGB : Enka Glanzstoff - brillant -
DSC : analyse enthalpique différentielle
DTA : analyse thermique différentielle
TMA : analyse thermomécanique
TCE : tétrachloréthane
ITF : Institut Textile de France
-

Communautés européennes – Commission

EUR 6716 : Traitement thermique des fibres chimiques

G. Prati, R. Mc Ilhagger, M. Cordelier, H. Borsten, M. Glastra

Centre de recherche scientifique de Comitextil

Luxembourg : Office des publications officielles des Communautés européennes

1980 – II, 39 p., 4 fig. – 21,0 x 29,7 cm

Série Procédés industriels

FR

ISBN 92-825-1757-8

N° de catalogue : CD-NF-80-001-FR-C

BFR 160 DKR 31 DM 10 FF 23 IRL 2.60

LIT 4 700 HFL 11 UKL 2.40 USD 5

L'objectif de l'étude était d'éliminer ou tout au moins réduire des malfaçons des articles en polyester résultant de traitements thermiques, et de définir des méthodes qui permettent de déceler des différences de comportement des fibres de polyester, simples et applicables industriellement.

A partir de l'analyse statistique de 61 caractéristiques des fibres, on décrit trois méthodes simples qui ont été sélectionnées et mises au point :

- la mesure du temps critique de dissolution (TCD)
- la mesure de la tinctoriabilité
- la mesure à la continue du retrait ou de l'allongement thermique.

Le recoupement des résultats d'au moins deux d'entre elles permet de savoir à l'avance si un lot de fil se comportera uniformément et ne donnera pas lieu à des variations altérant la qualité et donc conduisant à des dépréciations.

**Salgs- og abonnementskontorer · Vertriebsbüros · Sales Offices
Bureaux de vente · Uffici di vendita · Verkoopkantoren**

Belgique - België

Moniteur belge – Belgisch Staatsblad
Rue de Louvain 40-42 –
Leuvensestraat 40-42
1000 Bruxelles – 1000 Brussel
Tél. 512 00 26
CCP 000-2005502-27
Postrekening 000-2005502-27

Sous-dépôts – Agentschappen:

Librairie européenne – Europese
Boekhandel
Rue de la Loi 244 – Wetstraat 244
1040 Bruxelles – 1040 Brussel

CREDOC

Rue de la Montagne 34 · Bte 11
Bergstraat 34 · Bus 11
1000 Bruxelles · 1000 Brussel

Danmark

J.H. Schultz Boghandel

Møntergade 19
1116 København K
Tlf. (01) 14 11 95
Girokonto 200 1195

Underagentur:

Europa Bøger
Gammel Torv 6
Postbox 137
1004 København K
Tlf. (01) 15 62 73

BR Deutschland

Verlag Bundesanzeiger

Breite Straße – Postfach 10 80 06
5000 Köln 1
Tel. (0221) 21 03 48
(Fernschreiber: Anzeiger Bonn
8 882 595)
Postscheckkonto 834 00 Köln

France

*Service de vente en France des publica-
tions des Communautés européennes*
Journal officiel

26, rue Desaix
75732 Paris Cedex 15
Tél. (1) 578 61 39 – CCP Paris 23-96

Service de documentation

D.E.P.P.
Maison de l'Europe
37, rue des Francs-Bourgeois
75004 Paris
Tél. 887 96 50

Ireland

Government Publications

Sales Office
G.P.O. Arcade
Dublin 1

or by post from

Stationery Office

Dublin 4
Tel. 78 96 44

Italia

Libreria dello Stato

Piazza G. Verdi 10
00198 Roma – Tel. (6) 8508
Telex 62008
CCP 387001

Agenzia

Via XX Settembre
(Palazzo Ministero del tesoro)
00187 Roma

**Grand-Duché
de Luxembourg**

*Office des publications officielles
des Communautés européennes*

5, rue du Commerce
Boîte postale 1003 – Luxembourg
Tél. 49 00 81 – CCP 19190-81
Compte courant bancaire:
BIL 8-109/6003/300

Nederland

Staatsdrukkerij- en uitgeverijbedrijf

Christoffel Plantijnstraat, 's-Gravenhage
Postbus 20014
2500EA 's-Gravenhage
Tel. (070) 78 99 11
Postgiro 42 53 00

United Kingdom

H.M. Stationery Office

P.O. Box 569
London SE1 9NH
Tel. (01) 928 69 77, ext. 365
National Giro Account 582-1002

United States of America

*European Community Information
Service*

2100 M Street, N.W.
Suite 707
Washington, D.C. 20 037
Tel. (202) 862 95 00

Schweiz - Suisse - Svizzera

Librairie Payot

6, rue Grenus
1211 Genève
Tél. 31 89 50
CCP 12-236 Genève

Sverige

Librairie C.E. Fritze

2, Fredsgatan
Stockholm 16
Postgiro 193, Bankgiro 73/4015

España

Libreria Mundi-Prensa

Castelló 37
Madrid 1
Tel. 275 46 55

Andre lande · Andere Länder · Other countries · Autres pays · Altri paesi · Andere landen

Kontoret for De europæiske Fællesskabers officielle Publikationer · Amt für amtliche Veröffentlichungen der Europäischen Gemeinschaften · Office for
Official Publications of the European Communities · Office des publications officielles des Communautés européennes · Ufficio delle pubblicazioni
ufficiali delle Comunità europee · Bureau voor officiële publikaties der Europese Gemeenschappen

Luxembourg 5, rue du Commerce Boîte postale 1003 Tél. 49 00 81 · CCP 19190-81 Compte courant bancaire BIL 8-109/6003/300

AVIS AU LECTEUR

Tous les rapports scientifiques et techniques publiés par la Commission des Communautés européennes sont signalés dans le périodique mensuel «**euro-abstracts**». Pour souscrire un abonnement (1 an : BFR 1 500), prière d'écrire à l'adresse ci-dessous.

BFR 160 DKR 31 DM 10 FF 23 IRL 2.60 LIT 4 700 HFL 11 UKL 2.40 USD 5



OFFICE DES PUBLICATIONS OFFICIELLES
DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES

ISBN 92-825-1757-8

Boîte postale 1003 – Luxembourg

N° de catalogue : CD-NF-80-001-FR-C