



PROTOCOLE DE TEST SOUPLE PE-1

Régénération d'emballages souples ménagers en PE

Le COTREP

Le Comité Technique pour le Recyclage des Emballages Plastiques (COTREP) a pour mission d'aider les concepteurs et décideurs à développer des emballages plastiques recyclables, tout en permettant l'innovation. Il rassemble les différents acteurs de la chaîne de l'emballage ménager en plastique (Citeo, Elipso, SRP et Valorplast), et travaille sur tout type d'emballage plastique (bouteilles, flacons, pots et barquettes, films et souples). Les protocoles de tests réalisés par le COTREP sont issus de travaux avec les acteurs de la fin de vie des emballages plastiques ménagers.

N° DE VERSION	DATE	DESCRIPTION
1	Septembre 2021	Création
2	Décembre 2021	Ajout des taux de pénétration pour le PA
3	Mars 2022	Ajout d'un taux supplémentaire pour le PA

1. CONTEXTE

Ce protocole a été établi par le COTREP en collaboration avec des industriels français de la régénération des emballages souples ménagers en PE. Il est représentatif des procédés majoritairement utilisés en Europe. Il est destiné à préciser les tests à effectuer pour évaluer l'aptitude d'un emballage souple à être régénéré par voie mécanique dans la filière industrielle des emballages flexibles en PE. Cette étape constitue une partie essentielle de l'analyse globale de la recyclabilité d'un emballage. Si les résultats de cette étape sont concluants, l'évaluation doit se poursuivre à minima par la mise en œuvre du protocole Souple PE-2 : Extrusion gonflage.

Les résultats obtenus lors des tests précisés ci-dessous pourront être soumis au COTREP pour analyse et éventuelle prise en compte au niveau des recommandations françaises d'éco-conception en vue de la recyclabilité.

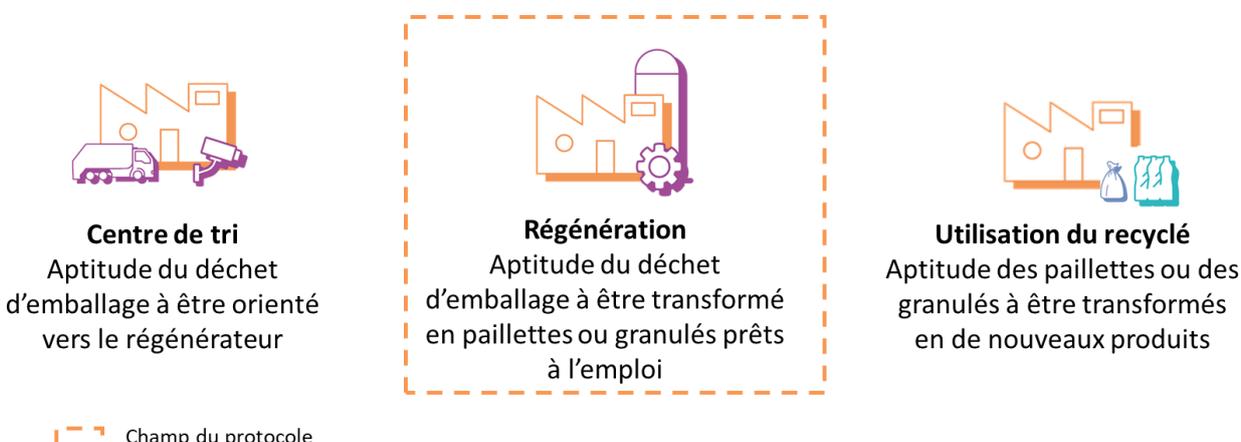


Figure 1 : Périmètre du protocole COTREP

Ce protocole tient compte des connaissances techniques et des procédés actuels pour la régénération des emballages souples PE ménagers en Europe.

Les résultats obtenus à la suite d'un test réalisé sur la base de ce protocole n'est pas suffisant pour conclure sur la recyclabilité d'un emballage. Ce protocole reflète uniquement l'étape de régénération en granulés et ne préjuge ni de l'aptitude au tri de l'emballage, ni de la possibilité de transformer ces granulés régénérés en un nouveau produit.

Remarque : Ce protocole n'est pas adapté pour évaluer l'aptitude d'un emballage à être régénéré dans une filière dite « mixed plastics », « mixed films », « Mixed PO », cette filière n'existant pas pour les déchets d'emballages français.

2. OBJECTIFS

Ce protocole permet d'évaluer l'impact d'un nouvel emballage ou composant d'emballage sur le procédé de régénération de la filière souple PE. Il donne la possibilité aux fabricants d'emballage et metteurs en marché de tester dans des conditions pilotes les étapes de régénération d'un emballage. Il prend en compte :

- Une étude d'impact sur les procédés de régénération pour obtenir un granulé de rPE,
- Une analyse de la qualité du rPE obtenu.

Le protocole s'appuie sur les informations du COTREP afin de déterminer les concentrations d'emballage ou d'éléments d'emballage à tester. Ces taux sont fixés en fonction de leur taux de pénétration sur le marché actuel ou à venir en prenant en compte des facteurs de concentration représentatifs des balles de plastiques issues de la collecte sélective française.

Les principales étapes de régénération sont définies dans l'encadré ci-dessous :

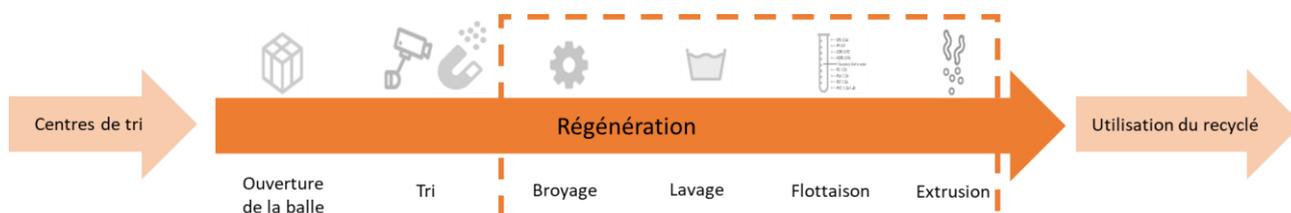


Figure 2 : Périmètre d'analyse du protocole de régénération

3. NOMENCLATURE

Toute entreprise (fabricant d'emballages, metteur en marché, fabricant de résine, distributeur, etc.) souhaitant connaître l'impact d'un emballage spécifique lors de la régénération suivant la filière souple PE française peut se saisir de ce protocole pour mener un essai.

L'entreprise souhaitant réaliser des essais de régénération sera nommée ci-après : le « **Demandeur** ». Les laboratoires d'essai homologués par le COTREP et capables de respecter ce protocole de test seront nommés ci-après le « **Laboratoire** ». La liste des laboratoires homologués sont listés dans la partie « Informations pratiques ».

4. PREPARATION DES ESSAIS

Étape 1 : Contacter le Laboratoire

Le **Demandeur** contactera le **Laboratoire** en décrivant sa demande à l'aide du document en ANNEXE 1. Si le **Demandeur** souhaite tester la régénération de plusieurs types d'emballages souples, plusieurs ANNEXE 1 devront être fournies. Les coordonnées sont indiquées dans la section « Informations pratiques » du document.

Étape 2 : Préparer les échantillons à tester

Le **Demandeur** mettra à disposition auprès du **Laboratoire**, les échantillons à tester. Seules les structures d'emballages définies par le COTREP en **ANNEXE 2** pourront être testés afin de garantir la représentativité du protocole.

- Les emballages souples de toutes typologies peuvent être testés
- L'emballage dans son ensemble doit être testé. En fonction des applications, les emballages pourront être neufs ou vidés de leur contenu de la manière dont le consommateur pourrait l'effectuer.

Les quantités totales d'emballages à fournir seront fonction de la capacité des équipements utilisés par le **Laboratoire**. Un minimum de 15 kg d'emballages est demandé pour donner des résultats significatifs. Les taux de concentration testés sont définis en fonction de la mise en marché des emballages testés et sont donnés par le COTREP en **ANNEXE 2**. Les quantités de matière doivent être adaptées pour réaliser à minimum 2 taux de pénétration de marché.

Étape 3 : Préparation du film témoin

La matière de référence du protocole est un film de 50 µm composé à 100 % de rPE souples issus de la régénération des flux de collecte sélective française. Le **Laboratoire** devra disposer de granulés de rPE témoin fournis par le COTREP. Le COTREP assure l'approvisionnement de la matière de référence au **Laboratoire**.

Le **Laboratoire** atteste visuellement de la qualité du témoin réceptionné avec prises de photos et tient ces éléments disponibles au **Demandeur**. Les éléments de réception seront consignés dans le rapport.

5. METHODOLOGIE

Le protocole ci-dessous concerne les **Laboratoires** agréés par le COTREP disposant de matériels représentatifs des étapes de régénération des unités industrielles existantes.

Les étapes à réaliser sont les suivantes :

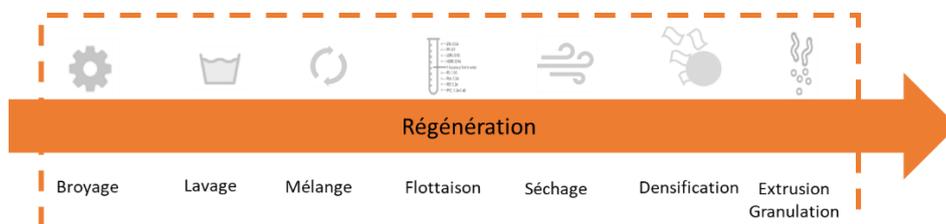


Figure 3 : Descriptif détaillé des étapes du protocole de régénération

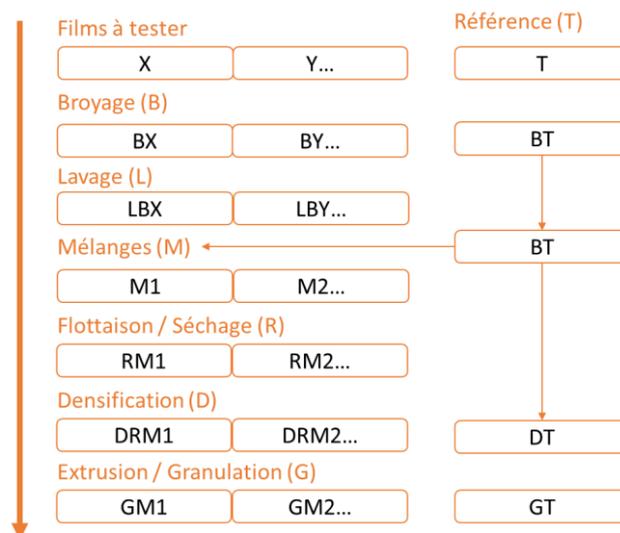


Figure 4 : Descriptif des étapes du protocole de régénération et des produits associés

Étape 1 : Broyage des échantillons X (BX)

Le **Laboratoire** devra réaliser l'étape de broyage pour obtenir des paillettes de taille 20 mm des échantillons à tester et de la référence. Les paillettes seront soumises à une étape de dépoussiérage afin de retirer les éléments résiduels inférieurs à 3 mm qui sont appelé « fines ». Les fines seront pesées et le résultat noté dans un rapport. Le débit sera également renseigné.

Le **Laboratoire** indiquera dans son rapport toute anomalie ou difficulté à broyer les échantillons à tester. Il précisera notamment s'il y a présence d'agglomérats et décrira l'aspect du broyat obtenu (inclure des photos dans le rapport).

Broyage : Critères de succès

- Pas de panne ou de dégradation du broyeur lors de l'essai, dû à la nature de l'échantillon.
- Pas d'agglomération en masse dans le broyeur.

Étape 2 : - Lavage des paillettes BX (LBX)

Les paillettes BX obtenues seront ensuite lavées selon les conditions décrites ci-dessous. Le lavage se fera par batch de 1 kg minimum, le nombre de batchs sera fonction de la quantité à préparer.

Introduire l'échantillon BX à tester dans une cuve contenant par kg testé 20 L d'eau claire à température ambiante (La température exacte sera consignée dans le rapport) sans additif. La cuve doit être de taille suffisante pour permettre une agitation rapide. Laver sous forte agitation (1000 rpm max) pendant 5 min, les conditions de lavage seront consignées dans le rapport de test. Filtrer sur grille/tamis de maille 1 mm et récupérer un échantillon représentatif des eaux de lavage pour examen visuel. Noter le changement de la coloration et de la transparence des eaux de lavage. La nature et la quantité de particules en suspension (papier/fibres, fines, agglomérats de colle...) pourront être déterminées sur requête du **Demandeur**.

Examiner 3 échantillons de paillettes de 10 g et noter la présence éventuelle de colle, papier, encre ou autre indésirable sur les paillettes. Les observations faites suite aux différentes opérations seront reportées dans le rapport final. (Inclure des photos dans le rapport).

Les paillettes LBX lavées seront ensuite centrifugées et séchées avant mélange. Le taux d'humidité sera contrôlé régulièrement durant la phase de séchage et ne devra pas dépasser 5 %.

Lavage : Critères de succès

- Pas de souillure ou de blocage des équipements

- Pas de présence de souillures sur les parois ou sur les paillettes (colles, encres...)
- Pas de polluants sur les paillettes : Pour 3 échantillons de 10 g → Moins de 0,01 g de matériaux non plastique (fibres, papier)

Étape 3 : Mélange des paillettes LBX (M)

Mélanger, suivant les taux de pénétration de marché définis par le COTREP, les paillettes propres BT issues de la matière de référence et les paillettes broyées BX issues des emballages à tester, jusqu'à obtention d'un mélange homogène.

Les quantités totales à mettre en œuvre seront fonction de la capacité des équipements utilisés par le **Laboratoire**, soit 15 kg minimum par mélange testé.

Les taux de pénétration sont définis par le COTREP et sont présentés dans l'**ANNEXE 2** sous la forme suivante :

$$M1 = x \% BX + y \% BT$$

$$M2 = w \% BX + z \% BT$$

Avec : $x + y = w + z = 100$; x et w étant les taux de pénétration de marché présentés dans l'**ANNEXE 2**.

Le mélange se fait par autant de batchs que nécessaire à l'obtention des quantités requises pour la mise en œuvre des prochaines étapes du test.

Seules les thématiques ayant déjà fait l'objet d'un Avis Général par le COTREP ont des taux de pénétration identifiés. Si votre emballage n'est pas représenté dans l'**ANNEXE 2**, il n'est pas possible de mener à bien ce protocole de test. Cette liste est mise à jour régulièrement par le COTREP.

Étape 4 : Flottaison des mélanges M (R)

A ce stade sera analysé le comportement des différentes paillettes lors de l'étape de flottaison.

Introduire les paillettes M1 en mélange dans un bac contenant de l'eau claire à température ambiante sans additif. Le bac doit être de taille suffisante pour permettre une agitation lente et une bonne immersion de la matière testée.

Recueillir les paillettes surnageantes (RM1). Recueillir les paillettes ayant coulées (LBC). Peser les fractions humides flottantes et coulantes (FHF et FHC) ainsi que les taux d'humidité.

Récupérer et filtrer les eaux de lavage pour examen. Consigner la maille de filtration. Noter si changement de la coloration et de la transparence des eaux de lavage avec photo à l'appui. Déterminer la nature (papier/fibres, fines, agglomérats de colle...) et quantité de particules en suspension : mesurer les matières en suspension de l'eau avant lavage et après lavage (selon NF EN 872). Les observations faites suite à l'examen seront reportées dans le rapport final avec photo à l'appui.

Examiner les 2 fractions de paillettes (surnageantes et coulantes) et noter la présence éventuelle de colle, papier, encre... sur les paillettes avec photo à l'appui. Le matériel utilisé et les conditions opératoires seront également consignés dans le rapport final.

Renouveler les opérations avec les autres mélanges M2, M3, MX...

NOTA : Toutes les observations qui seront faites suite aux examens réalisés et qui seront reportées dans le rapport final, pourront être utilisées pour identifier un impact à la régénération, notamment pour le traitement des eaux issues du lavage/rinçage.

Flottaison : Critères de succès

- La fraction flottante doit être > 90 % du poids total du mélange
- Pas de colle, papier, encre sur les paillettes

- Pas de changement de l'eau de flottaison

Étape 5 : Séchage des paillettes RM

Sécher les paillettes RM1 et RM2 avec un sécheur à une T° de 130 °C. Les conditions de séchage doivent être adaptées pour ne pas entraîner la fusion des paillettes PE à cette étape de séchage. Mesurer le taux d'humidité après le sécheur sur un minimum de 3 échantillons de 1 g de paillettes. Les paillettes ne doivent pas avoir plus de 5 % de taux d'humidité.

L'objectif de taux d'humidité peut être plus faible en fonction du type de densifieur utilisé à l'étape 6.

Les conditions appliquées et le nombre de cycles de séchage devront être précisés dans le rapport d'essais.

Examiner les paillettes et noter les changements notables en comparaison des paillettes M1 et M2 avant la flottaison (changement de forme/aspect, de coloration des paillettes).

Les observations faites suite à l'examen seront reportées dans le rapport final (inclure des photos dans le rapport). Le matériel utilisé et les conditions opératoires seront également consignés dans le rapport final.

Séchage : Critères de succès

- Pas de changement de forme ou d'aspect des paillettes après séchage

Étape 6 : Densification (D) (optionnel)

Une étape de densification des paillettes de films produites peut être envisagée pour permettre l'alimentation régulière et efficace de l'extrudeuse. La température de densification ne doit pas excéder les 200 °C. La température utilisée sera consignée dans le rapport.

Les observations faites suite à l'examen seront reportées dans le rapport final (inclure des photos dans le rapport). Le matériel utilisé et les conditions opératoires seront également consignés dans le rapport final.

NB : En général, à l'échelle industrielle, l'étape de densification n'est pas dissociée de l'étape d'Extrusion / Granulation

Étape 7 : Extrusion / Granulation

Les mélanges ainsi que le témoin **LBT**, sont extrudés et granulés. L'étape d'extrusion devra comporter au minimum une zone à 250 °C.

Le matériel utilisé et les conditions de granulation seront consignés dans le rapport final.

- Extrudeuse type : (Diamètre vis, rapport L/D) ;
- Taille filtres ;
- Type de granulation ;
- Températures des différentes zones
- Durée
- Débit
- Quantités
- Pressions /Ampérage
- Vide, etc.

La nature et le type de filtre éventuellement utilisé seront consignés et devront être représentatifs d'une production classique soit 150 µm.

Extrusion / Granulation : Critères de succès

- Pas de panne ou de dégradation de l'extrudeuse lors de l'essai, dû à la nature de l'échantillon (accumulation, colmatage...).

- Procédé d'extrusion stable lors de la transformation des échantillons
- Pas de problème au niveau du dégazage
- Ne pas dépasser 1 changement de filtre durant la granulation

Étape 8 : Caractérisation des granulés

Les granulés doivent faire l'objet d'une inspection visuelle (porosité, infondus, couleur, etc...) avec des photos à l'appui consignés dans le rapport. De plus, tous les granulés préparés doivent être caractérisés suivant les essais ci-dessous.

PROPRIETE ETUDIEE	NORMES	RESULTATS ATTENDU
MASSE VOLUMIQUE	NF EN ISO 1183-1	valeur kg/m ³
ANALYSE DSC	NF EN ISO 11357-3 avec rampe de montée en T° de 10°C /min	Valeurs et courbes
MELT INDEX	NF EN ISO 1133-1, (2,16 kg,190°C)	valeur g/10min + Observations extrudat
TAUX DE CENDRE	NF EN ISO 3451-1 (650°C)	valeur %
HUMIDITE	Interne à 105 °C	valeur %

Les résultats obtenus seront consignés dans le rapport.

Les granulés **GM1**, **GM2** et **GT** ainsi préparés seront évalués selon le protocole Souple PE-2 Extrusion gonflage, dans un centre d'essais équipé en conséquence.

Extrusion / Granulation : Critères de succès

- Variation inférieure à 10 % entre les échantillons GM et la référence GT

6. RAPPORT DE TESTS

Le **Laboratoire** sollicité devra rédiger un rapport d'essais précisant les éléments suivants :

- Une description des échantillons reçus, incluant des photos.
- L'**ANNEXE 1** complétée doit être jointe au rapport.
- Les conditions opératoires et le matériel utilisés pour chaque test.
- Les résultats obtenus à chaque étape et les observations en comparaison avec le témoin, incluant les photos requises à chaque étape.

Remarques importantes :

Tous les échantillons soumis à analyses devront être testés selon une méthodologie rigoureusement identique. Le **Laboratoire** s'engage à suivre le protocole dans son intégralité et à indiquer dans le rapport de tests si une quelconque déviation a été faite, ainsi qu'à envoyer les rapports de tests au COTREP.

Le rapport devra inclure la phrase suivante :

« Les tests ont été réalisés en suivant au protocole de test de régénération du COTREP pour les emballages souples en PE (Référence/ Version / Date). Ces résultats ne constituent en aucun cas une analyse complète de la recyclabilité de l'emballage et non pas valeur de certificat de recyclabilité. »

Toute déviation devra être explicitée et sera analysée par le COTREP afin de conclure à la validité des résultats.

7. CONFIDENTIALITE

Le **Laboratoire** s'engage, par la signature d'un accord de confidentialité vis à vis de tiers, à tenir confidentiel tout élément relatif à la demande, au contenu du rapport et notamment les résultats et observations.

8. INFORMATIONS PRATIQUES

Contacts COTREP

Benoit Le Dreff (Valorplast)

Tel : +33 (0)6 31 37 10 77

Mail : b.ledreff@valorplast.com

Contacts Laboratoire

IPC

Jaime Rodrigues

Tel : +33 (0)6 48 58 74 05

Mail : Jaime.RODRIGUES@ct-ipc.com

PIEJAK Jerome

Tel : +33 (0)4 26 61 90 48

Mail : Jerome.PIEJAK@ct-ipc.com

Coût des essais

A titre indicatif : la réalisation des essais selon le protocole Souple PE-1, pour la référence et 2 taux d'intégration est de l'ordre de 10 000 € HT.

Le **Demandeur** devra inclure également dans son budget le coût d'envoi des échantillons au **Laboratoire**.

ANNEXE 1 : Formulaire de demande de tests COTREP

DEMANDEUR

ENTREPRISE : *A compléter*

PRENOM NOM : *A compléter*

FONCTION : *A compléter*

MAIL : *A compléter*

TELEPHONE : *A compléter*

IMAGE
DE
L'EMBALLAGE

DESCRIPTION DE L'EMBALLAGE A TESTER

TYPE D'EMBALLAGE : *Exemples : bouteille, flacon, pot, barquette, tube...*

RESINE MAJORITAIRE : *A compléter*

STRUCTURE DE *Si multicouches les décrire.*

L'EMBALLAGE : *Préciser les % massique de chaque composant (barrière, additifs, colle, tielayer, etc.)*

**PROCEDE DE MISE EN
FORME :**

COULEUR / IMPRESSION : *Préciser si c'est en surface ou en blend,*

ELEMENTS ASSOCIES : *Etiquettes, robinet, zip, lien, etc.
Préciser la composition de chaque élément associé*

VOLUME MIS EN MARCHÉ : *Tonnes par an
Si pas encore en marché, préciser les prévisions*

COMMENTAIRES : *Tout autre information qui pourrait servir le test*

Cachet de l'entreprise :	Date :	Nom, prénom et signature

ANNEXE 2 : Taux de pénétration de marché à appliquer

Les taux de pénétration de marché sont estimés par les membres du COTREP sur la base de leurs expertises et connaissance du marché des emballages ménagers français. En fonction du type d'emballage et de sa composition, les taux de pénétrations de marché évoluent. Pour mener à bien un essai suivant le protocole de régénération des souples PE, il est nécessaire d'appliquer les taux de pénétration défini ci-dessous pour être représentatif des mises en marché en France.

Étape 1 : Quelle(s) catégorie(s) d'emballage tester

Pour mener à bien un essai, il est nécessaire d'identifier quels sont les taux de pénétration à appliquer parmi ceux connu. Seuls les thématiques d'emballages ayant déjà fait l'objet d'un avis général par le COTREP ont des taux de pénétration définis. Le tableau ci-dessous répertorie les thématiques et les taux de pénétration à appliquer en fonction du type d'emballage à tester. Cette Annexe est mise à jour régulièrement en fonction des études et publications du COTREP.

Étape 2 : Identifier quels sont les taux de pénétration applicable.

Si votre emballage peut s'identifier à plusieurs catégories, ce sont les taux de pénétrations les plus élevés qui doivent s'appliquer. Il y a toujours 2 taux de pénétration à tester pour valider le protocole du COTREP. Attention, les taux de pénétration ne peuvent pas être mélangés entre les études.

Taux de pénétration de marché applicables pour tester la régénération des souples PE

CATEGORIE	DESCRIPTION	TAUX DE PENETRATION A APPLIQUER	REFERENCE AVIS GENERAL
EVOH	Souple PE avec barrière EVOH	1 % et 2 %	AG68
PP	PP (souple ou rigide) non dissociable d'un souple PE	1 % et 2 %	AG69
PA	Souple PE avec barrière polyamide	1 % et 4 %	AG70

Exemples :

→ Stand-up pouch en mono PE et barrière EVOH :

Les taux de pénétration à appliquer pour l'essai sont ceux de l'étude sur la barrière EVOH. L'essai doit tester l'incorporation de 1 % et 2 % d'EVOH dans le mélange.

→ Stand-up pouch en mono PE, avec barrière EVOH et un robinet en PP :

L'emballage peut se retrouver dans les catégories EVOH et PP. Par conséquent, les taux de pénétration de marché à appliquer sont ceux qui sont les plus élevés, soit ceux de l'EVOH à 1 % et 2 %.

→ Souple PE avec d'autres composants :

A ce jour, la métallisation n'a pas fait l'objet d'un avis général par le COTREP. Par conséquent les taux de pénétration de marché ne sont pas connus. A ce jour, il n'est pas possible de mener à bien un essai de régénération d'emballages souples PE.

La feuille de route du COTREP concernant les études à venir est précisée sur le site internet www.cotrep.fr

Seules les thématiques ayant déjà fait l'objet d'un Avis Général par le COTREP ont des taux de pénétration identifiés. Si votre emballage n'est pas représenté dans la liste ci-dessous, il n'est pas possible de mener à bien ce protocole de test. Cette liste est mise à jour en fonction des avis généraux publiés et sera mise à jour régulièrement par le COTREP.