



## PROTOCOLE DE TEST SOUPLE PE-2

### FABRICATION DE FILMS EN PE RECYCLE PAR EXTRUSION GONFLAGE

#### 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

## 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 des granulés de PE souples recyclés issus des tests de régénération selon le protocole Souple PE-1 à être transformés en films par extrusion-gonflage (un des deux débouchés majoritaires du PE souple recyclé actuellement).

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.

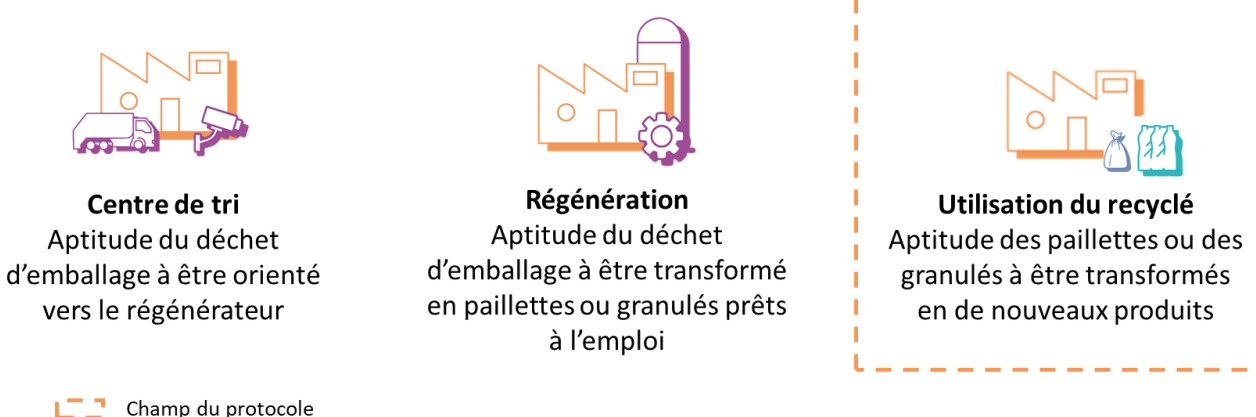


Figure 1 : Périmètre du protocole COTREP

Ce protocole tient compte des connaissances techniques et des procédés actuels pour la transformation de granulés rPE en films.

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 transformation de granulés régénérés en films et ne préjuge pas de l'aptitude au tri de l'emballage.

*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 de test intervient à la suite et en complément du protocole de régénération d'emballage souple en PE (PE-1). Il vise à offrir la possibilité aux entreprises de tester dans des conditions semi-industrielles la production de films en PE recyclé, incluant des granulés régénérés issus de l'emballage à tester. Elle couvre :

- La faisabilité technique de transformer des granulés en un nouveau film,
- Une analyse de la qualité du film obtenu.



Figure 2 : Périmètre d'analyse du protocole d'extrusion-gonflage

## 3. NOMENCLATURE

Toute entreprise (fabricant d'emballages, metteur en marché, fabricant de résine, distributeur, etc.) souhaitant connaître l'impact d'un emballage spécifique transformé en granulés suivant le protocole PE-P1 lors de sa mise en forme suivant un procédé d'extrusion-gonflage peut se saisir de ce protocole pour mener un essai.

L'entreprise souhaitant réaliser des essais 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 : Avoir validé les critères de succès du Protocole souple PE-1

Suite à la validation des critères de succès du Protocole souple PE-1, le **Demandeur** confirmera au **Laboratoire** la réalisation des essais selon le Protocole PE-2.

### Étape 2 : Préparer l'application du Protocole souple PE-2.

Le **Demandeur** met à disposition du Laboratoire sélectionné les granulés GM1, GM2 et GT préparés conformément au protocole de test COTREP sur la régénération du PE. Le test va suivre les étapes suivantes :

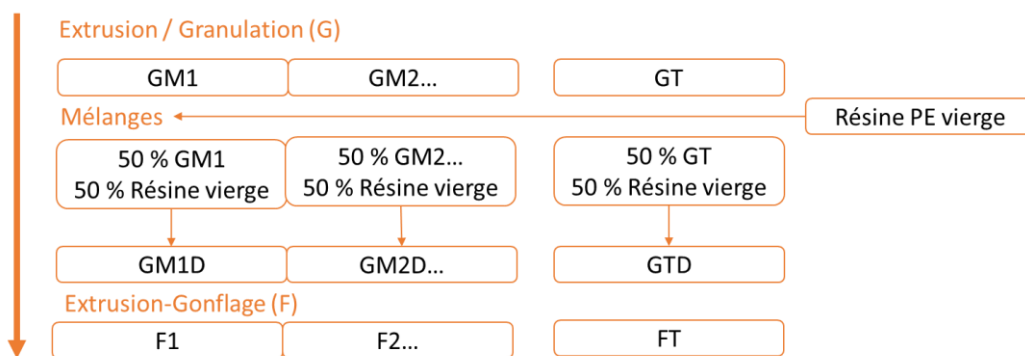


Figure 3 : Descriptif des étapes du protocole d'extrusion-gonflage

La quantité de granulés à fournir doit être suffisante pour fabriquer **25 kg** de chaque recette (GTD, GM1D, GM2D, etc.).

## 5. METHODOLOGIE

Le protocole ci-dessous concerne les **Laboratoires** agréés par le COTREP disposant de matériels représentatifs des étapes de transformation existant sur les unités industrielles. Les étapes à réaliser sont les suivantes :



Figure 4 : Descriptif détaillé des étapes d'extrusion-gonflage

### Étape 1 : Préparation des mélanges

Les granulés GT, GM1, GM2, etc. préalablement préparés suivant le protocole COTREP de régénération PE (Souple PE-1), sont mélangés à 50 % en poids avec une résine vierge PEBD pour donner les mélanges GTD, GM1D, GM2D, etc. Les mélanges sont réalisés idéalement mécaniquement.

Les granulés de PEBD vierges utilisés pour ces essais seront des granulés de PEBD radicalaires de densité 0.92 kg/m<sup>3</sup> et de grade proche de 0,5. Les références identifiées comme appropriées sont les suivantes :

- EXXON 171BA
- SABIC 2801TH00W
- DOW 535E

Le **Laboratoire** prend en charge la commande de matière nécessaire aux tests et précisera la référence utilisée dans le rapport final.

### Étape 2 : - Extrusion-gonflage

Les mélanges préparés sont extrudés pour obtenir un film suivant le procédé d'extrusion-gonflage. Lors des essais les conditions de mise en œuvre recommandées sont les suivantes :

- Taux de gonflage - compris entre 2,5 et 3
- Maille des filtres 150 µm
- Épaisseur des films 50 microns- Tolérance : +/- 5 % en moyenne et +/- 20 % en ponctuel

Réaliser un changement de filtre pour chaque nouveau mélange. Le matériel utilisé et les conditions d'extrusion seront consignés dans le rapport final comprenant les informations suivantes :

- Type de l'extrudeuse type : (Diamètre vis, rapport L/D)
- Diamètre de la filière de gonflage
- Températures différentes zones
- Pressions/Ampérage
- Largeur entrefer
- Vitesse de tirage
- Pression de gonflage
- Type de refroidissement (intérieur/extérieur. Air/Eau)
- Largeur de la gaine
- Durée d'extrusion

#### Extrusion-Gonflage : Critères de succès

- Pas de panne ou dégradation de la ligne dû à la nature des échantillons (colmatage...)
- Pas de dégradation de la bulle lors de la mise en œuvre

Le rapport final devra compiler les observations suivantes :

PROPRIETES ETUDIEES	RESULTATS ATTENDUS
MISE EN ŒUVRE	Observations
EMISSION DE FUMÉES OU D'ODEURS	Observations
PARAMETRES D'EXTRUSION	Variation par rapport au témoin
FILTRATION	Pour chaque filtre, indiquer la référence, analyse visuelle et photos
TAILLE DE LA BULLE	Stabilité de la bulle (vidéo)
ASPECT DU FILM	Observations (bulles, trous, lunules...)
DEPOT FILIERE	Observations

### Étape 3 : Caractérisation des films produits

Tous les films produits sont caractérisés suivant les essais ci-dessous. Les résultats obtenus seront consignés dans le rapport.

#### → Propriétés dimensionnelles

PROPRIETES ETUDIEES	NORMES	RESULTATS ATTENDUS
LARGEUR A PLAT DE LA GAINE EXTRUDEE	ISO 4592	Valeurs
TAUX DE RETRAIT (SENS LONG/SENS TRAVERS)	NFT 54-115	Valeurs
PROFIL DE L'ÉPAISSEUR	ISO 4593	Valeurs
ÉPAISSEUR MOYENNE	ISO 4591	Valeurs

## → Propriétés mécaniques

PROPRIETES ETUDIEES	NORMES	RESULTATS ATTENDUS
ALLONGEMENT A LA RUPTURE	NF EN ISO 527-3	Valeurs
CONTRAINTE A LA RUPTURE	NF EN ISO 527-3	Valeurs
RESISTANCE A LA RUPTURE	NF EN ISO 527-3	Valeurs
COEFFICIENT DE FRICTION (STATIQUE/DTN)	NF EN ISO 8295	Valeur
APTITUDE A LA SOUDURE	/	Mesurable avec équipement KOPP

## → Propriétés optiques et d'aspect

PROPRIETES ETUDIEES	NORMES	RESULTATS ATTENDUS
ANALYSE COLORIMETRIQUE	/	Analyse du delta E vs échantillon référence
ASPECT DU FILM APRES ENROULEMENT	/	Observations de type infondus, irrégularités de surface, etc.
INFONDUS	/	Observation visuelle
IRREGULARITES DE SURFACE	/	Observations

### Caractérisation des Films : Critères de succès

- Moins de X irrégularités de surface constatées par rapport au témoin
- Variation < 10% pour les propriétés dimensionnelles // témoin
- Variation < 10% pour les propriétés mécaniques // témoin

## 6. RAPPORT DE TESTS

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

- Le rapport issu du protocole de régénération Souple PE-1
- 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 pour 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 le protocole Souple PE-2 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 n'ont 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 (hors Cotrep) 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](mailto:b.ledreff@valorplast.com)

### Contacts Laboratoire

#### IPC

Jaime Rodrigues

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

**Mail :** [Jaime.RODRIGUES@ct-ipc.com](mailto:Jaime.RODRIGUES@ct-ipc.com)

PIEJAK Jerome

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

**Mail :** [Jerome.PIEJAK@ct-ipc.com](mailto:Jerome.PIEJAK@ct-ipc.com)

### Coût des essais

A titre indicatif : la réalisation des essais selon le protocole Souple PE-2, 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

L'EMBALLAGE : *Si multicouches les décrire.  
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