



PROTOCOLE DE TEST RIGIDE PE-2

FABRICATION DE FLACONS EN PE RIGIDE RECYCLE PAR EXTRUSION SOUFFLAGE

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	Octobre 2024	Création

1. CONTEXTE

Ce protocole a été établi par le COTREP en collaboration avec des industriels français de la fabrication de flacons en polyéthylène par procédé d'extrusion-soufflage. Il est représentatif des pratiques industrielles des transformateurs recevant des granulés de rPE fabriqués à partir flux de rigides PE issus de la collecte sélective française. Il est destiné à préciser les tests à effectuer pour évaluer l'aptitude des granulés de PE rigides recyclés issus des tests de régénération selon le protocole Rigide PE-1 à être transformés en flacons par extrusion-soufflage (un des deux débouchés majoritaires du PE rigide recyclé actuellement et le plus exigeant en termes de caractéristiques attendues).

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'écoconception en vue de la recyclabilité.

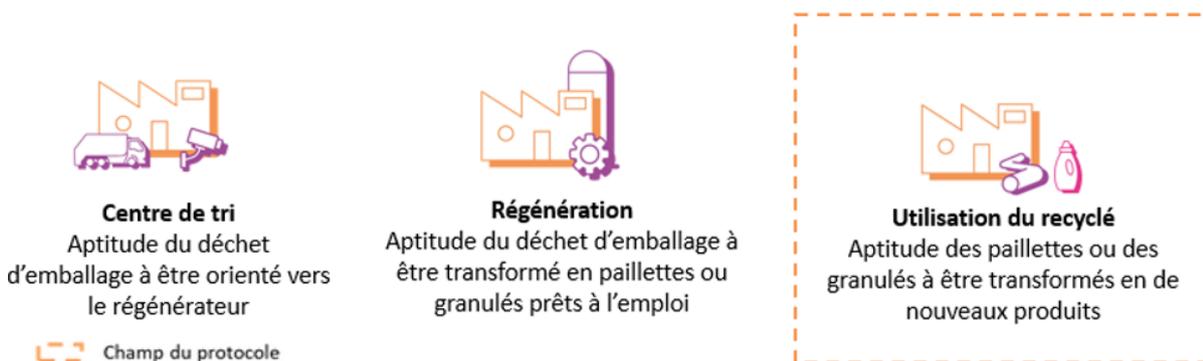


Figure 1 : Périmètre du protocole Rigide PE-2

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

Le COTREP pourra réévaluer ce protocole si besoin au regard des évolutions de l'utilisation des granulés de PE rigides ménagers recyclés et des procédés de transformation associés.

Les résultats obtenus à la suite d'un test réalisé sur la base de ce protocole ne sont pas suffisants pour conclure sur la recyclabilité d'un emballage. Ce protocole reflète uniquement l'étape de transformation de granulés régénérés en flacons et ne préjuge pas de l'aptitude au tri de l'emballage.

2. OBJECTIFS

Ce protocole de test intervient à la suite et en complément du protocole de régénération d'emballage rigide en PE (Rigide PE-1). Il vise à offrir la possibilité aux entreprises de tester dans des conditions semi-industrielles la production de flacons 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 flacon,
- Une analyse de la qualité du flacon obtenu.



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

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 Rigide PE-1 lors de sa mise en forme suivant un procédé d'extrusion-soufflage 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 Rigide PE-1

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

Étape 2 : Préparer l'application du Protocole rigide 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 rigide. Le test va suivre les étapes suivantes :

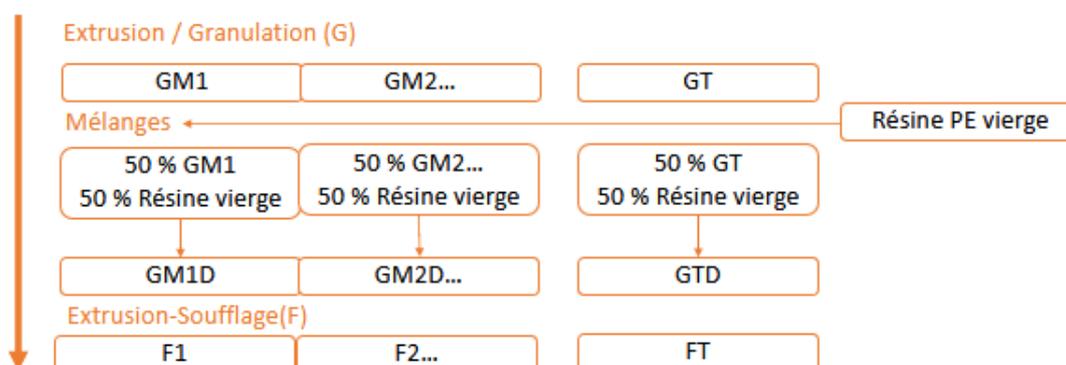


Figure 3 : Descriptif des étapes du protocole d'extrusion-soufflage

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-soufflage

Étape 1 : Préparation des mélanges

Une mesure du taux d'humidité sera effectuée sur les granulés GT, GM1, GM2, etc. préalablement préparés suivant le protocole COTREP de régénération PE (Rigide PE-1). Les granulés GT, GM1, GM2, etc. préalablement préparés suivant le protocole COTREP de régénération PE (Rigide PE-1), sont mélangés à 50 % en poids avec une résine vierge PEHD pour donner les mélanges GTD, GM1D, GM2D, etc. Les mélanges sont réalisés idéalement mécaniquement.

Les granulés de PEHD vierges utilisés pour ces essais seront des granulés de PEHD de densité $\sim 0,954 \text{ kg/m}^3$ et de grade proche de 0,2. Ci-dessous les références pouvant être utilisées :

FOURNISSEURS	NOM COMMERCIAL	MFI (190 °C / 2,16 KG)	MFI (190°C / 21,6KG)	DENSITE
TOTAL	HDPE 5502	0,25	22	0,954
INEOS	RIGIDEX HD 5502 S	0,2	-	0,954
TOTAL	ACESO HDPE 5502 R3	-	22	0,954
CHEVRON PHILIPS	MARLEX HHM 5502 BN	0,35	-	0,955

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

Un échantillon d'environ 150 g des granulés PEHD utilisés et 150g de chaque mélange seront conservés par le **Laboratoire**.

Étape 2 : Extrusion-soufflage

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

- Epaisseur des flacons : 1 mm pour y découper des éprouvettes et avec une zone $\leq 0,9$ mm
- Températures d'extrusion soufflage $180\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$

Le matériel utilisé, les conditions d'extrusion et les propriétés des flacons seront consignés dans le rapport final comprenant les informations suivantes :

- Type d'extrudeuse (Diamètre vis, rapport L/D) et poinçon filière
- Températures des différentes zones de chauffe
- Pressions/Ampérage/Vitesse
- Propriétés flacon (épaisseur, poids, contenance, forme)
- Durée de production et temps de cycle
- Odeur si inhabituelle

Les paramètres de procédé d'extrusion-soufflage qui sont utilisés sur chacun des lots seront les mêmes que ceux utilisés sur le lot de la référence qui sera mis en œuvre en premier lors de la campagne. Toute variation devra être consignée dans le rapport.

3 exemplaires de flacons pour chaque mélange seront conservés par le **Laboratoire**.

Extrusion-Soufflage : Critères de succès

- Pas de panne ou dégradation de la ligne dû à la nature des échantillons (colmatage...).
- Pas de dégradation de la paraison ou des flacons 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
ASPECT DU FLACON	Observations (bulles, trous, lunules...)
ENCRASSEMENT OUTILLAGE	Observations

Étape 3 : Caractérisation des flacons produits

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

→ Propriétés dimensionnelles

PROPRIETES ETUDIEES	NORMES	RESULTATS ATTENDUS
PROFIL DE L'ÉPAISSEUR	Selon un plan de contrôle déterminé)	Valeurs
ÉPAISSEUR MOYENNE	ISO 4591	Valeurs
POIDS FLACON	/	Valeurs
VOLUME RAS BORD	/	Valeurs
HAUTEUR GLOBALE	/	Valeurs

→ Propriétés mécaniques

PROPRIETES ETUDIEES	NORMES	RESULTATS ATTENDUS
TOP LOAD	ASTM D2659*	Valeurs
DROP IMPACT	ASTM D2463*	Valeurs
FLEXION	/	Valeurs
TRACTION / MODULE / CONTRAINTE / ALLONGEMENT	NF EN ISO 527-3	Valeur
STRESS CRACKING	ASTM D1693	Valeurs

* Compression verticale à réaliser sur la bague des flacons

→ Propriétés optiques et d'aspect

PROPRIETES ETUDIEES	NORMES	RESULTATS ATTENDUS
ANALYSE COLORIMETRIQUE	/	Analyse du delta E (ΔE) vs échantillon référence
ASPECT DU FLACON	/	Observations de type infondus, irrégularités de surface, etc.
INFONDUS	/	Observation visuelle
IRREGULARITES DE SURFACE	/	Observation visuelle
ETANCHEITE	/	Nombre de bouteilles non étanches

Caractérisation des Flacons : Critères de succès

- Variation < 10 % pour les propriétés dimensionnelles par rapport au témoin
- Variation < 10 % pour les propriétés mécaniques par rapport au 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 Rigide 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 utilisé pour chaque test,
- Les résultats obtenus à chaque étape et les observations en comparaison avec le témoin, incluant les photos pour chaque étape et l'atteinte des critères de succès.
- Toutes les observations à faire pendant les essais sont à transcrire dans le rapport et sont consignées en **ANNEXE 2**.
- Les échantillonnages réalisés par le **Laboratoire** aux différentes étapes seront disponibles sur requête du **Demandeur**. L'ensemble des matières liées à la campagne sera conservé par le **Laboratoire** pendant 6 mois après la publication de l'Avis COTREP correspondant sauf autre consigne donnée par le **COTREP**.

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 (avec justification de cette déviation).

Le rapport devra inclure la phrase suivante :

« Les tests ont été réalisés en suivant le protocole Rigide PE-2 du COTREP pour les emballages rigides 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

Contact COTREP

BELLEGARDE Alexana

Tel : +33 (0)6 81 06 83 24

Mail : a.bellegarde@cotrep.org

Contact Laboratoire

IPC

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 Rigide 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 :
*EX : BOUTEILLE, FLACON, POT,
BARQUETTE, TUBE...*

RESINE MAJORITAIRE : *A compléter*

**STRUCTURE DE
L'EMBALLAGE :**
*SI MULTICOUCHES LES DECRIRE
PRECISER LES % MASSIQUE DE
CHAQUE COMPOSANT
(BARRIERE, ADDITIFS, COLLE,
TIELAYER, ETC.)*

PROCEDE DE MISE EN
FORME :

COULEUR / IMPRESSION :
*PRECISER SI C'EST EN SURFACE
OU EN BLEND*

ELEMENTS ASSOCIES :
*ETIQUETTES, ROBINET, ZIP, LIEN,
ETC.
PRECISER LA COMPOSITION DE
CHAQUE ELEMENT ASSOCIE*

VOLUME MIS EN MARCHÉ :
*TONNES PAR AN
SI PAS ENCORE EN MARCHÉ,
PRECISER LES PREVISIONS*

COMMENTAIRES :
*TOUT AUTRE INFORMATION QUI
POURRAIT SERVIR LE TEST*

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

ANNEXE 2 : OBSERVATIONS A CONSIGNER DANS LE RAPPORT

Le protocole Rigide PE-2 donne les critères d'évaluation pour les différentes étapes du protocole. Les observations à consigner dans le rapport aux différentes étapes sont détaillées ci-dessous.

Extrusion-Soufflage :

- Fonctionnement de la ligne dû à la nature des échantillons (colmatage...).
- Aspect de la paraison ou des flacons lors de la mise en œuvre.

Caractérisation des Flacons :

- Variation pour les propriétés dimensionnelles par rapport au témoin.
- Variation pour les propriétés mécaniques par rapport au témoin.