



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 (Valorplast, Elipso, Citeo et SRP), 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	Février 2025	Ajout de précisions concernant le suivi de l'humidité

1. CONTEXTE

Ce protocole a été établi par le COTREP en collaboration avec des fabricants français de films en PE par procédé d'extrusion gonflage. Il est représentatif des pratiques des industriels recevant des granulés de rPE¹, fabriqués à partir des flux d'emballages souples en PE issus de la collecte sélective française. 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. Il s'agit du débouché majoritaire 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.



Centre de tri
Aptitude du déchet
d'emballage à être orienté
vers le régénérateur



Régénération
Aptitude du déchet
d'emballage à être transformé
en paillettes ou granulés prêts
à l'emploi



Utilisation du recyclé
Aptitude des paillettes ou des
granulés à être transformés
en de nouveaux produits


 Champ du protocole

Figure 1 : Périmètre du protocole Souple PE-2

¹ Dans ce protocole, « PEBD » et « souple PE » sont employés indifféremment ; rPE signifie PE recyclé, c'est-à-dire de la matière recyclée issue de la régénération d'emballages ménagers en souple PE

Ce protocole tient compte des connaissances techniques et des procédés actuels pour la transformation de granulés rPE en films. Le COTREP pourra réévaluer ce protocole si besoin au regard des évolutions de l'utilisation des granulés de PE souples 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 films et ne préjuge pas de l'aptitude au tri ou à la régénération de l'emballage.

2. OBJECTIFS

Ce protocole de test intervient à la suite et en complément du protocole de régénération d'emballage souple en PE (Souple 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 Souple PE-1 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 Souple 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 souple (Souple PE-1). Le test va suivre les étapes suivantes :

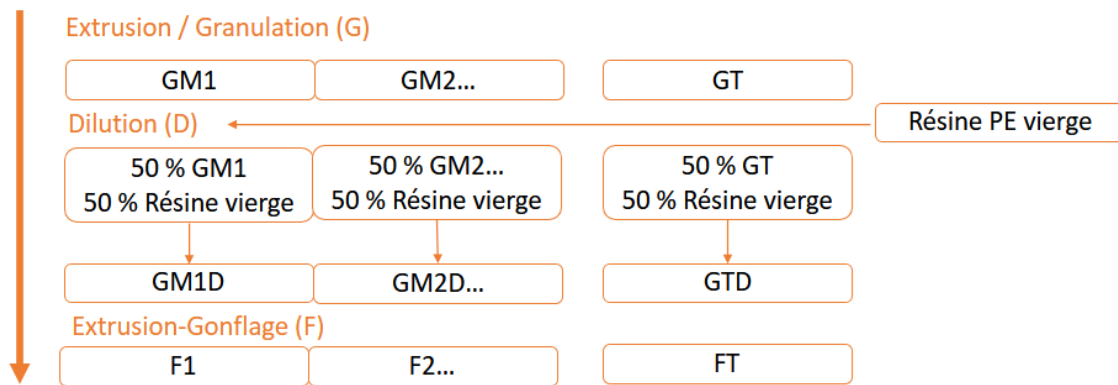


Figure 3 : Descriptif des étapes du protocole d'extrusion-gonflage

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/m³ 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.

Un échantillon de 100 g des granulés PEBD vierges utilisés sera conservé par le **Laboratoire**.

Étape 2 : Extrusion-gonflage

Une mesure d'humidité sera réalisée sur chacun des lots issus de l'extrusion granulation GT, GM1, GM2, etc. et consignée dans le rapport. L'humidité cible pour démarrer le procédé d'extrusion-gonflage est < 0,3 %.

Si l'humidité du lot GT ne respecte pas cette cible, un séchage sera mis en place sur l'ensemble des lots. Les conditions appliquées notamment le temps de séchage, la température de séchage et le matériel utilisé sur le lot GT seront consignés dans le rapport d'essais. Ces mêmes conditions seront reproduites pour l'ensemble des lots. Une mesure d'humidité sera réalisée sur chacun des lots GT, GM1, GM2, etc. après séchage et sera consignée dans le rapport.

Les mélanges préparés sont extrudés pour obtenir un film suivant le procédé d'extrusion-gonflage. L'étape d'extrusion gonflage devra comporter au minimum une zone à 210 °C. 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
- Epaisseur des films 50 microns - Tolérance : +/- 5 % en moyenne et +/- 20 % en ponctuel

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

- Extrudeuse type : (Diamètre vis, rapport L/D)
- Diamètre de la filière de gonflage
- Températures des différentes zones de chauffe
- Pressions / Ampérage
- Largeur entrefer
- Vitesse de tirage
- Pression de gonflage
- Type de refroidissement (intérieur/extérieur, air/eau)
- Largeur de la gaine
- Durée d'extrusion

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

Un échantillon de 20 m linéaire de chaque film produit sera prélevé en milieu de production dite stabilisée et sera conservé par le **Laboratoire**.

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 d'une durée de 30 secondes prise d même point fixe pour chaque Laboratoire)
ASPECT DU FILM	Observations (bulles, trous, lunules...)
DEPOT FILIERE	Observations

Étape 3 : Caractérisation des films produits

Les échantillons de films pour caractérisation seront prélevés en milieu de production dite stabilisée. Ces prélèvements 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 GAINÉ 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
CONTRAINTÉ A LA RUPTURE	NF EN ISO 527-3	Valeurs
RESISTANCE A LA RUPTURE	NF EN ISO 527-3	Valeurs
COEFFICIENT DE FRICTION (STATIQUE/DYNAMIQUE)	NF EN ISO 8295	Valeur
APTITUDE A LA SOUDURE	/	Mesurable avec équipement KOPP

→ Propriétés optiques et d'aspect

PROPRIETES ETUDIEES	NORMES	RESULTATS ATTENDUS
ANALYSE COLORIMÉTRIQUE	/	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

- Comparaison des irrégularités de surface constatées par rapport au témoin*
- Variation < 10% pour les propriétés dimensionnelles par rapport au témoin
- Variation < 10% pour les propriétés mécaniques par rapport au témoin

*A noter qu'il n'existe pas de protocole concernant l'étude de l'aspect des films à date.

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.
- 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**. Dans le cas d'essais réalisés à la demande du COTREP, l'ensemble des matières lié 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 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

Contact COTREP

Alexana Bellegarde

Tel : +33 6 81 06 83 24

Mail : a.bellegarde@cotrep.org

Contact Laboratoire

IPC

Jérôme Piejak

Tel : +33 6 31 63 90 82

Mail : 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*

Si multicouches les décrire.

Préciser les % massique de chaque composant (barrière, additifs, colle, tielayer, etc.)

STRUCTURE DE
L'EMBALLAGE :

PROCEDE DE MISE EN
FORME : *A compléter*

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

Etiquettes, robinet, zip, lien, etc.

ELEMENTS ASSOCIES : *Préciser la composition de chaque élément associé*

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

Tout autre information qui pourrait servir le test

COMMENTAIRES :

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

ANNEXE 2 : Observations à consigner dans le rapport

Le protocole Souple 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-Gonflage :

- Fonctionnement de la ligne lié à la nature des échantillons (colmatage...)
- Aspect et comportement de la bulle lors de la mise en œuvre
- Stabilité de la bulle, présence de porosités

Caractérisation des Films :

- Irrégularités de surface constatées par rapport au témoin
- Propriétés dimensionnelles par rapport au témoin
- Propriétés mécaniques par rapport au témoin