

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique



**Université de Blida -1-**  
Faculté des Sciences et Technologie  
Département de Génie des Procédés

## **MEMOIRE DE FIN D'ETUDES**

En vue de l'obtention du diplôme de  
MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Option : Génie des Polymères

**THEME**

**DEVELOPPEMENT D'UNE NOUVELLE FORME MULTICOUCHE  
DU PET, CAEACTERISATION ET APPLICATION**

Réalisé par :

**M<sup>lle</sup> DJENADI IMENE**

**M<sup>lle</sup> BEN BEDJA CHAIMA**

Dirigés par :

**Dr. CHEURFA ZAHIA (USDB)**

**Mr. KASMI RABEH (SGT)**

Année universitaire 2021/2022

﴿يَرْفَعُ اللَّهُ الَّذِينَ آمَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ  
دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ﴾

[المجادلة 11]

« Le succès n'a pas  
Besoin  
d'explication,  
l'échec n'admet pas  
justification ».

*Luis Fernander*

« Aucun de nous, en  
agissant seul, ne  
peut atteindre le  
succès».

*Nelson Mandela*

## الملخص

جديد من يتكون العمل الحالي من دراسة تطوير نموذج PET متعدد الطبقات يستخدم في صناعة المشروبات الغازية لكوكا كولا بدأنا دراستنا بقياس المعلمات الفيزيائية والكيميائية للمنتجات النهائية (التشكيلات PET) مثل قياس متوسط الوزن ، وقياس القطر الداخلي والخارجي ، وقياس السماكة ، واختبار عارض الإجهاد على PET كل هذه القياسات تضمن أن التشكيلات تتوافق مع المعايير المنظمة

انتقلنا أيضًا أثناء دراستنا إلى التحليلات النوعية والكمية لتحديد كمية الأستالديهد الموجود في التشكيلات ، و اختبار لتقييم العمر الافتراضي لثاني أكسيد الكربون لمختلف الأشكال أحادية الطبقة ومتعددة الطبقات . كمية الأستالديهد المحددة أقل من 5 جزء في المليون .

أعطتنا خسائر CO<sub>2</sub> لأحادي الطبقة قيمة 2.15% خلال فترة 12 أسبوعًا ، و تم الحصول على 0,68 % في شكل متعدد الطبقات

**الكلمات المفتاحية:** البوليايثيلين تيريفثاليت، التشكيلات، تغليف المواد الغذائية،

## Résumé

Le présent travail consiste à étudier le développement d'une nouvelle forme multicouche en PET utilisée en industrie des boissons gazeuse coca-cola.

Nous avons commencé notre étude par les mesures des paramètres physico-chimiques des produits finis (préformes en PET) tel que les mesures du poids moyen, mesure du diamètre intérieure et extérieure, mesure de l'épaisseur, le test du visionneur de stress sur le PET .

Toutes ces mesures ont montés que les préformes obéissent aux normes réglementées.

Nous avons procédés aussi durant notre étude à des analyses qualitatives et quantitatives pour déterminer de la quantité de l'acétaldéhyde présente en préformes, ainsi un test pour évaluer de la durée de conservation du CO<sub>2</sub> pour les différentes préformes monocouche et multicouches. La quantité de l'acétaldéhyde déterminée est inférieure à 5 ppm. Les pertes du CO<sub>2</sub> en forme monocouche nous a donnée une valeur de 2,15 % sur une durée de 12 semaines, cependant celle obtenue en forme multicouche est égale à 0,68 %

**Mots clés :** Polyéthylène Téréphtalate, préformes, emballages alimentaire,

## **Abstract**

The present work consists in studying the development of a new multilayer PET formulated in the Coca-Cola soft drink industry.

We began our study by measuring the physico-chemical parameters of the finished products (PET preforms) such as measuring the average weight, measuring the inside and outside diameter, measuring the thickness, the stress viewer test on PET. All of these measures have ensured that the preforms comply with regulated standards.

We also proceeded during our study to qualitative and quantitative analyzes to determine the quantity of acetaldehyde present in preforms, as well as a test to evaluate the shelf life of CO<sub>2</sub> for the different monolayer and multilayer preforms. The amount of acetaldehyde determined is less than 5 ppm. The losses of CO<sub>2</sub> in monolayer form gave us a value of 2.15% over a period of 12 weeks; however that obtained in multilayer form is equal to 0.68%.

**Keywords:** Polyethylene Terephthalate, preforms, food packaging.

## *Dédicaces*

*Tout d'abord, louange à "Allah" qui m'a guidé sur le chemin droit tout au long du travail et m'a inspiré les bons pas et les justes réflexes. Sans sa miséricorde, ce travail n'aura pas abouti.*

*A mes parents qui ont sacrifiés pour moi, pour tous leurs soutiens qu'ils m'ont toujours témoigné et leur dévouement pour que je réussisse dans mes études et ma vie, je ne les remercierai jamais assez;*

*A mon seul et cher frère Ghano et ma belle sœur*

*A mon mari Ilyes;*

*A tout mes cousins et cousines ;*

*A tout mes amies sans exception, trop nombreux pour être cités, pour avoir transformé les mauvais moments en bon souvenir et les bons moments en souvenirs inoubliables ;*

*A mon amie et binôme Imene que je remercie pour son soutien et son amitié ;*

*A tout qui me connaissent et m'aiment.*

♥Chaima♥

## *Dédicaces*

*Tout d'abord je tiens à remercier Dieu, le tout puissant et miséricordieux, qui m'a donné la force, l'intelligence et la patience d'accomplir ce modeste travail.*

*Je dédie ce travail*

*A la plus belle bougie de ma vie qui a été toujours avec moi depuis ma naissance jusqu'à ce jour qui m'a toujours encouragée pour que j'ai pu parcourir ce long chemin.*

*A le plus merveilleux papa celui qui a été la source de mon courage et ma force qui été toujours là pour moi qui a toujours souhaitée de ce jour je t'offre ma réussite là ou t'es.*

*A mes chers frères Chakib et Walid.*

*A yama, papa Ali et tout ce qui m'a aidé de près ou de loin et qui m'aime.*

*Ma binôme Chaima je tiens à lui remercie infiniment pour leur soutien tout au long de ce travaille.*

*Ma promotrice Mme cheurfa pour son aide, sa disponibilité et sa Compréhension.*

♥ Imene ♥

## Remerciements

Ce travail a été réalisé au niveau d'industrie **SGT** (société Général des techniques Algérie SPA) à Rouïba.

Nous tenons à remercier en premier lieu le bon dieu le tout puissant de nous avoir donné la force, la santé et la volonté pour mener ce travail.

Nous exprimons notre sincère remerciement à notre promotrice Dr. CHEURFA ZAHIA

D'Avoir bien voulu accepté de diriger ce travail et pour son témoignage et son soutien et de nous avoir guidés et encouragés dans ce travail, et les conseils qu'elle nous a apportés grâce à vous nous avons beaucoup appris.

Nous tenons à remercier vraiment notre Encadrer au niveau de SGT Monsieur KASMI RABAH pour son soutien il a su nous faire confiance lors de cette aventure dans le monde professionnel et à partager ses connaissances de manière très pédagogique nous le remercions aussi pour sa disponibilité et la qualité de son encadrement au centre.

Nous tenons à remercier tous les membres de laboratoire de SGT pour leur gentillesse, le partage des connaissances scientifiques, leur collaboration, leur joie de vivre qu'ils font rayonner autour d'eux, et toute l'équipe de la production ingénieur et technicien pour leur soutien.

Nous souhaitons adresser nos remerciements au corps professionnel et administratif de département de génie des procédés pour la qualité et l'enseignement.

Enfin nous ne saurions oublier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

## Table des matières

|   |    |
|---|----|
| Résumé  |    |
| Dédicace  |    |
| Remerciements   |    |
| Introduction générale.....                                    | 1  |
| 1. Partie théorique   |    |
| <b>CHAPITRE I : Généralités sur l’emballage alimentaire</b>   |    |
| I.1 Introduction.....   | 3  |
| I.2. Définition.....  | 3  |
| I.3. Principes d'emballage.....                               | 3  |
| I.4. Rôle de l’emballage alimentaire.....                     | 4  |
| I.5.Matériaux utilisés dans les emballages alimentaires.....  | 5  |
| I.6. Origines des matières plastiques.....                    | 5  |
| I.7.Plastiques utilisés dans les emballages alimentaires..... | 5  |
| I.8.Propriétés des matières plastiques.....                   | 7  |
| I.9.Emballage des boissons gazeuses.....                      | 7  |
| I.10. Bouteille en PET.....                                   | 8  |
| I.10.1.Interaction contenant/contenu.....                     | 8  |
| I.11.Législation de l’emballage ou Mentions obligatoires..... | 9  |
| I.12.Tendances en matière d’emballage.....                    | 9  |
| <b>CHAPITRE II : Le PET (poly éthylène téréphtalate)</b>      |    |
| II.1. Introduction.....                                       | 11 |
| II.2. Définition $(C_{10}H_8O_4)_n$ .....                     | 11 |
| II.3. Historique.....   | 11 |
| II.4. La synthèse du PET.....                                 | 11 |
| II.5. Procédés de synthèse du PET.....                        | 12 |
| II.5.1 Synthèse par estérification.....                       | 12 |
| II.5.2 Synthèse par transestérification.....                  | 12 |
| II.6. Propriétés du PET.....                                  | 12 |
| II.6.1.Propriétés physique du PET.....                        | 13 |
| II.6.2. Propriétés chimiques.....                             | 14 |
| II.6.3 Propriétés mécaniques.....                             | 14 |
| II.7. Recyclage du PET.....                                   | 15 |



|  |    |
|--|----|
| II.8. L'origine du succès du PET.....  | 16 |
| II.9. Applications du PET.....   | 16 |
| II.10. Mise en œuvre des bouteilles en PET.....                                  | 17 |
| II.10.1. Le procédé optimal.....   | 18 |
| II.10.2. Processus d'injection des préformes en PET.....                         | 18 |
| II.10.3 Moulage par injection.....   | 19 |
| II.11. Technique de production ou Amélioration des préformes.....                | 21 |
| II.11.1. Technique en monocouche.....  | 21 |
| II.11.2 technique en multicouche.....  | 22 |
| II.12. Conséquences des bouteilles additives dans les filières de recyclage..... | 24 |

## 2. Partie expérimentale

### **CHAPITRE III : MATERIAUX ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION**

|  |    |
|--|----|
| III.1. Présentation de lieu de stage.....                                | 25 |
| III.2. Matériaux.....  | 26 |
| III.2.1. Préforme de PET (préforme mono et multi couches).....           | 26 |
| III.2.2. Présentation des préformes PET (monocouche et multicouche)..... | 27 |
| III.3. Matériels utilisés.....   | 27 |
| III.3.1. Polariscopes pour préforme (visionneur de stress sur PET).....  | 27 |
| III.3.2. Mesure de Poids.....  | 28 |
| III.3.3. Pied à coulisse digital.....                                    | 29 |
| III.3.4. Jauge de la perpendicularité.....                               | 31 |
| III.3.5. Mesure de la quantité en Acétaldéhyde.....                      | 32 |

### **CHAPITRE IV : Résultats et discussions**

|   |    |
|---|----|
| IV.1. Caractéristique physique de la préforme monocouche en PET.....  | 37 |
| IV.1.1. Mesure de poids moyen des préformes monocouche.....           | 37 |
| IV.1.2. Mesure de la longueur.....                                    | 37 |
| IV.1.3. Hauteur du col.....   | 38 |
| IV.1.4. Diamètre.....   | 38 |
| IV.1.5. Diamètre intérieur.....                                       | 38 |
| IV.1.6. Epaisseur.....  | 39 |
| IV.2. Caractéristique physique de la préforme multicouche en PET..... | 39 |
| IV.2.1. Mesure de poids moyen des préformes multicouche.....          | 39 |
| IV.2.2. Mesure de la longueur.....                                    | 39 |

|   |    |
|---|----|
| IV.2.3. Hauteur du col.....   | 40 |
| IV.2.4. Diamètre.....   | 40 |
| IV.2.5. Diamètre intérieur.....   | 40 |
| IV.2.6. Epaisseur.....  | 41 |
| IV.3.Caractéristique physico-chimique de préforme PET (mon et multi).....         | 41 |
| IV.4. Résultats d'évaluation de la durée de conservation CO <sub>2</sub> SGT..... | 43 |
| Conclusion générale.....  | 44 |
| Référence bibliographique   |    |

## Liste des Figures

### 1. Partie Théorique :

|   |    |
|---|----|
| <b>Figure I.1 :</b> Différents types d'emballages.....  | 3  |
| <b>Figure I.2 :</b> Fonction d'emballage.....   | 4  |
| <b>Figure II.1:</b> Unité constitutive du polyéthylène téréphtalate (PET).....                              | 12 |
| <b>Figure II.2:</b> Principales transitions thermiques du PET.....  | 14 |
| <b>Figure II.3 :</b> Illustration du procédé de mise en forme des bouteilles en PET.....                    | 18 |
| <b>Figure II.4 :</b> La trémie sécheur de PET.....  | 19 |
| <b>Figure II.5 :</b> Histoire thermique du PET amorphe au cours de la transformation.....                   | 20 |
| <b>Figure II.6 :</b> Les différents états d'injection des préformes en Polyéthylène téréphtalate (PET)..... | 21 |
| <b>Figure II.7 :</b> Extrudeuse monocouche.....   | 22 |
| <b>Figure II.8 :</b> Préforme en monocouche.....  | 22 |
| <b>Figure II.9 :</b> Extrudeuse multicouche.....  | 23 |
| <b>Figure II.10 :</b> La préforme de multicouche.....   | 24 |
| 2. Partie expérimentale :   |    |
| <b>Figure III.1 :</b> Société Générale des Techniques SPA.....  | 26 |
| <b>Figure III.2 :</b> Préformes mono et multicouche.....  | 27 |
| <b>Figure III.3 :</b> Polariscope.....  | 28 |
| <b>Figure III.4 :</b> Flux de préformes sous polariscope.....   | 28 |
| <b>Figure III.5 :</b> Balance analytique.....   | 28 |
| <b>Figure III.6 :</b> Pied à coulisse digital pour mesure de diamètre.....                                  | 30 |
| <b>Figure III.7 :</b> Pied à coulisse digital pour mesure d'épaisseur.....                                  | 31 |
| <b>Figure III.8 :</b> Jauge de la perpendicularité.....   | 32 |
| <b>Figure III.9 :</b> Mécanisme de la dégradation thermique du PET.....                                     | 33 |
| <b>Figure III.10 :</b> CPG (analyseur acétaldéhyde PET).....  | 33 |
| <b>Figure III.11 :</b> Test pour l'évaluation de la durée de conservation du CO <sub>2</sub> .....          | 34 |
| <b>Figure IV.1 :</b> Chromatogramme de mesure de la tenure en Acétaldéhyde en PET monocouche.....           | 42 |
| <b>Figure IV.2 :</b> Chromatogramme de mesure de la tenure en Acétaldéhyde en PET multicouche.....          | 42 |

**Figure IV.3 : Résultats d'évaluation de la durée de conservation CO<sub>2</sub>.....43**

## Liste des Tableaux

### 1. Partie théorique :

|   |    |
|---|----|
| <b>Le Tableau II .1:</b> Représente les applications du PET en fonction de sa viscosité.....                    | 13 |
| <b>Tableau II.2 :</b> Paramètres de la maille du PET.....   | 15 |
| <b>Tableau II.3 :</b> Propriétés mécaniques d'échantillons de PET vierge et recyclé obtenues par injection..... | 15 |

### 2. Partie expérimentale :

|   |    |
|---|----|
| <b>Tableau III.1 :</b> Caractéristique physique de préforme PET.....                                  | 26 |
| <b>Tableau III.2 :</b> Caractéristique chimique de préforme PET.....                                  | 27 |
| <b>Tableau III.3 :</b> Les normes des diamètres des préformes.....                                    | 30 |
| <b>Tableau III.4 :</b> Normes des épaisseurs des préformes.....                                       | 31 |
| <b>Tableau III.5 :</b> Des normes tolérées en Acétaldéhyde.....                                       | 34 |
| <b>Tableau III.6 :</b> Des conditions de test de CO <sub>2</sub> .....                                | 36 |
| <b>Tableau IV.1.1 :</b> Résultats obtenus des prises de poids des préformes monocouche.....           | 37 |
| <b>Tableau IV.1.2 :</b> Résultats obtenus de la longueur des préformes monocouche.....                | 37 |
| <b>Tableau IV.1.3 :</b> Résultats obtenus de la hauteur du col des préformes monocouche.....          | 38 |
| <b>Tableau IV.1.4 :</b> Résultats obtenus du diamètre moyen collerette des préformes monocouche.....  | 38 |
| <b>Tableau IV.1.5 :</b> Résultats obtenus du diamètre intérieur des préformes monocouche.....         | 38 |
| <b>Tableau IV.1.6 :</b> Résultats obtenus du diamètre intérieur des préformes monocouche.....         | 39 |
| <b>Tableau IV.2.1 :</b> Résultats obtenus des prises de poids des préformes multicouche.....          | 39 |
| <b>Tableau IV.2.2 :</b> Résultats obtenus de la longueur des préformes multicouche.....               | 40 |
| <b>Tableau IV.2.3 :</b> Résultats obtenus de la hauteur du col des préformes multicouche.....         | 40 |
| <b>Tableau IV.2.4 :</b> Résultats obtenus du diamètre moyen collerette des préformes multicouche..... | 40 |
| <b>Tableau IV.2.5 :</b> Résultats obtenus du diamètre intérieur des préformes multicouche.....        | 40 |
| <b>Tableau IV.2.6 :</b> Résultats obtenus du diamètre intérieur des préformes multicouche.....        | 41 |
| <b>Tableau IV.3 :</b> Résultats obtenus d'acétaldéhyde des 3 préformes monocouche.....                | 41 |
| <b>Tableau IV.4 :</b> Résultats obtenus d'acétaldéhyde des 3 préformes multicouche.....               | 42 |
| <b>Tableau IV.5 :</b> Résultats des pertes en CO <sub>2</sub> sur les préforme.....                   | 43 |

# [Introduction]

## Introduction Générale

L'emballage existait déjà il y a plusieurs centaines d'années, son rôle principal étant alors de contenir et de transporter des produits sans risque. De nos jours, la mondialisation du commerce a poussé l'emballage à répondre à d'autres besoins de préservation à plus longue durée. Toutes ces demandes et pressions nous poussent à nous demander si nos systèmes d'emballage actuellement utilisés dans l'industrie agroalimentaire sont à jour. Le temps où l'emballage jouait simplement le rôle de transport et de conservation du produit est révolu. Nous sommes en face d'une science de l'emballage, plus complexe et plus créative [1].

Les industries de l'agro-alimentaire doivent répondre aux préoccupations et exigences des consommateurs. Pour cela, ils cherchent à améliorer la qualité de la matière première tout en utilisant un procédé et un conditionnement qui préservent cette qualité. Deux prix Nobels ont été co-attribués en 1963 dans le domaine de la chimie des plastiques pour la découverte de catalyseurs permettant la polymérisation des polyéthylènes et polypropylène qui sont aujourd'hui couramment utilisés comme emballage alimentaire.

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est un polymère semi-cristallin connu pour son utilisation dans la fabrication de fibres mais surtout de bouteilles de grande consommation. Son intérêt est qu'il présente de bonnes propriétés mécaniques et chimiques, ainsi qu'une bonne stabilité thermique, une excellente transparence associée à de bonnes propriétés barrières (perméabilité aux gaz, aux contaminants).

De ce fait la bouteille en PET est sans aucun doute le matériau d'emballage le plus important de l'industrie des boissons gazeuses. Compte tenu de la consommation de matières premières et du poids de la bouteille, nous établissons des lignes efficaces et hautes performances allant du gonflage à la palettisation pour nos clients avec des conceptions qui offrent une durabilité optimale de la bouteille. Nous offrons également des installations clés en main aux fabricants dans les systèmes de sirops et les technologies de processus et les sections de préparation de produits. [2]

Il existe actuellement plusieurs types de bouteilles en PET sur le marché. Si une partie des bouteilles PET sont monocouches et non colorées, on constate dans la pratique que d'autres peuvent contenir des couches barrières et être additives, colorées ou opacifiées, afin d'assurer des fonctions de protection du contenu ou des fonctions marketing.

Les technologies barrières sont utilisées dans le cas où un frein aux transferts de gaz (CO<sub>2</sub> et O<sub>2</sub>), aux rayons UV, à l'humidité... est nécessaire. Ces technologies sont celle du PET en multicouches, elles sont principalement utilisées dans le cas de boissons gazeuses (eaux gazeuses, bières) et dans le cas de jus de fruits et eaux aromatisées [3].

C'est dans ce cadre nous avons réalisé ce travail pour étudier cette nouvelle forme de PET en multicouche en parallèle avec celle du PET en monocouche pour illustrer ces propriétés importantes en industrie des boissons gazeuses.

Le présent mémoire a été structuré en trois parties : la première partie est consacré à l'étude bibliographique portant sur des généralités sur l'emballage alimentaire et sur le PET, sa préparation, ces caractéristiques, son domaine d'applications et sur ces différents formes en monocouche et multicouche.

Dans la seconde partie, on décrit en détails les modes opératoires et le matériels utilisés lors de la préparation des préformes en monocouche et multicouches du PET, ainsi que l'étude des tous les paramètres physicochimiques classiques. La troisième et la dernière partie est réservée aux résultats expérimentaux et leurs interprétations, qui donne lieu à une conclusion générale.



# **Partie**

# **Théorique**

# {CHAPITRE I}

## **Généralités sur l'emballage alimentaire**

**I.1. Introduction**

Avec les développements scientifiques et les avancées technologiques récentes notamment en matière de conservation des aliments, l'industrie des emballages alimentaires n'a cessé de se développer pour d'une part, suivre ces développements, et d'autre part, répondre aux exigences croissantes du consommateur.

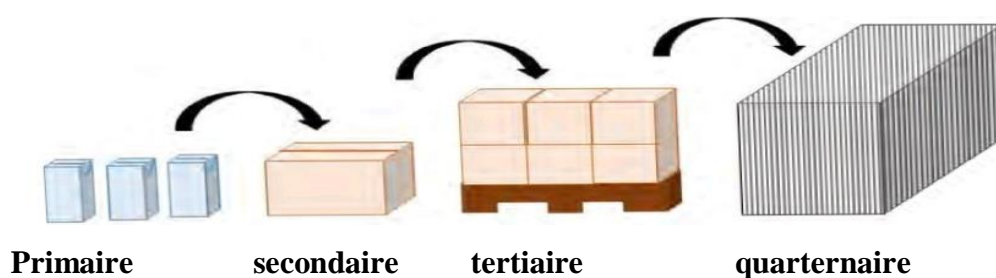
**I.2. Définition**

L'emballage alimentaire est matériau mono ou multicouche destiné à contenir une denrée alimentaire tout en assurant sa salubrité jusqu'à sa consommation.

**I.3. Principes d'emballage**

L'emballage des produits alimentaires doit être fait de manière à éviter les risques de contamination, de réaction avec le matériau emballé, de décomposition, etc. L'emballage doit être fait de manière appropriée ou selon les normes recommandées. Cela peut être fait en plusieurs couches comme énuméré ici

- Emballage primaire : Il enveloppe et retient le produit alimentaire
- Emballage secondaire : Il est extérieur à l'emballage primaire
- Emballage tertiaire : Il s'agit du revêtement extérieur résistant utilisé pour la manutention en vrac, le stockage en entrepôt et le transport/expédition [4].

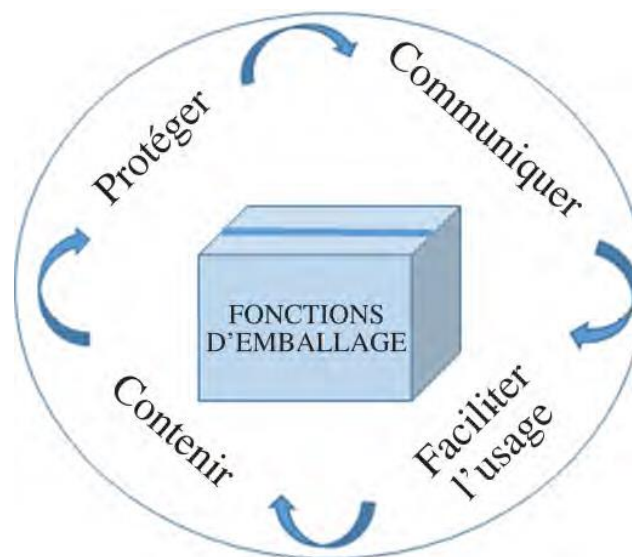


**Figure I.1** Différents types d'emballage

#### I.4. Rôle de l'emballage alimentaire

Les principaux rôles de l'emballage alimentaire sont de protéger les produits alimentaires contre les influences extérieures et les dommages, de contenir les aliments et de fournir aux consommateurs des informations sur les ingrédients et la nutrition (Coles 2003). La traçabilité, la commodité et l'indication d'effraction sont des fonctions secondaires d'importance croissante. L'objectif de l'emballage alimentaire est de contenir les aliments d'une manière rentable qui répond aux exigences de l'industrie et aux désirs des consommateurs, maintient la sécurité alimentaire et minimise l'impact environnemental [5].

Plusieurs matériaux peuvent être utilisés dans la fabrication d'**emballage alimentaire** leur particularité est que la couche interne de cet emballage doit être « **apte au contact alimentaire** » et doit respecter les normes européennes en vigueur qui sont régies par le Règlement CE n°1935/2004. Cette réglementation concerne donc l'emballage et le conditionnement des denrées alimentaires (aliment et boisson) aussi bien à l'état de produit fini, que de produits intermédiaires, destinés à l'alimentation humaine. L'**emballage alimentaire** se doit d'assurer la meilleure conservation possible des aliments qu'il contient.



**Figure I.2 :** fonctions d'emballage

## **I.5. Matériaux utilisés dans les emballages alimentaires**

La conception et la construction de l'emballage jouent un rôle important dans la détermination de la durée de conservation d'un produit alimentaire. La bonne sélection des matériaux et des technologies d'emballage préserve la qualité et la fraîcheur des produits pendant la distribution et le stockage. Les matériaux traditionnellement utilisés dans les emballages alimentaires comprennent le verre, les métaux (aluminium, feuilles et stratifiés, fer-blanc et acier sans étain), le papier et les cartons et les plastiques. De plus, une plus grande variété de plastiques a été introduite sous des formes à la fois rigides et flexibles. Les emballages alimentaires d'aujourd'hui combinent souvent plusieurs matériaux pour exploiter les propriétés fonctionnelles ou esthétiques de chaque matériau. Alors que la recherche pour améliorer les emballages alimentaires se poursuit, les progrès dans le domaine peuvent affecter l'impact environnemental des emballages [6].

Les emballages plastiques constituent une bonne part des emballages utilisés dans le domaine agroalimentaire. L'aspect pratique de l'emballage en plastique joue un rôle très important pour le consommateur des produits de grande consommation. Les produits qui ont leur approbation ont par exemple un bec verseur permettant une réutilisation facile et pratique ; ils offrent par conséquent un autre service au consommateur.

## **I.6. Origines des matières plastiques**

Les matières plastiques sont des matériaux organiques de synthèse fondés sur l'emploi des macromolécules (polymères). Les caoutchoucs sont aussi regroupés sous cette appellation.

Matière plastique = résine de base + adjuvants + additifs

La matière première généralement utilisée est le pétrole, duquel sont extraites des molécules d'hydrocarbure. Elles sont ensuite unies entre elles pour former des molécules de masse plus importante: les polymères. 4% du pétrole est utilisé pour fabriquer des matières plastiques. On peut aussi trouver du pétrole dans le dentifrice. En plus de la résine, les additifs et adjuvants sont là pour améliorer les propriétés chimiques et physiques du matériau, notamment la résistance aux chocs, la couleur, la plasticité, la résistance au vieillissement, etc. [7].

## **I.7. Plastiques utilisés dans les emballages alimentaires**

Il existe une grande variété de matériaux d'emballage couramment utilisés pour les produits alimentaires, pharmaceutiques, cosmétiques, etc. Il s'agit notamment des matériaux dits traditionnels (bois, verre, papier, métal) et des matériaux « nouveaux » (bio polymères, matériaux d'origine biologique encore appelés matériaux bio sources, comestibles, actifs, etc.).

Les polymères sont placés dans un groupe spécial lorsqu'ils sont considérés comme une source de nombreux matériaux simples (mono films) et complexes (laminés) différents. Il est donc évident que la sélection du matériau d'emballage optimal pour un produit alimentaire spécifique est une tâche plus difficile que jamais. En outre, la sélection d'un emballage approprié est d'une grande importance pour les fabricants de produits alimentaires qui doivent prendre en compte les aspects économique, marketing, logistique, les exigences techniques et fonctionnelles, la sécurité des consommateurs et l'impact environnemental.

Plastiques utilisés dans les emballages alimentaires sont comme suite :

- polyéthylène (PE)
- polypropylène (PP)
- polyesters (PET, PEN, PC) (Remarque : le PET est appelé PETE sur certains marchés)
- ionomères
- éthylène acétate de vinyle (EVA)
- polyamides (PA)
- chlorure de polyvinyle (PVC)
- chlorure de polyvinylidène (PVdC)
- polystyrène (PS)
- styrène butadiène (SB)
- acrylonitrile butadiène styrène (ABS)
- éthylène alcool vinylique (EVOH)
- polyméthylpentène (TPX)
- polymères à haute teneur en nitrile (HNP)
- polymères fluorés (PCTFE/PTFE)
- matériaux à base de cellulose
- acétate de polyvinyle (PVA)

De nombreux plastiques sont mieux connus par leurs noms commerciaux et leurs abréviations. Sur le marché européen de l'emballage, le PE constitue la plus forte proportion de consommation, avec plus de 50 % du marché en poids, et quatre autres, le PP, le PET, le PS (y compris le polystyrène expansé ou PSE) et le PVC, constituent l'essentiel du marché restant (source: BPF). Les pourcentages peuvent varier sur d'autres marchés, mais le classement est similaire. Les autres plastiques répertoriés répondent à des besoins de niche

particuliers, tels que l'amélioration de la barrière, de la thermoscellabilité, de l'adhérence, de la résistance ou de la résistance à la chaleur [8].

### **I.8. Propriétés des matières plastiques**

Tous les matériaux cités au paragraphe précédent sont des polymères thermoplastiques. Chacune est basée sur une, ou plusieurs, simples composés(s) ou monomère(s). Un exemple de monomère simple serait l'éthylène, dérivé du pétrole et du gaz naturel. Il est basé sur un arrangement spécifique d'atomes de carbone et d'hydrogène. La plus petite unité indépendante d'éthylène est connue sous le nom de molécule, et elle est représentée par la formule chimique,  $C_2H_4$ .

Les plastiques sont des matériaux déformables: ils peuvent être moulés ou modelés facilement, en général à chaud et sous pression. Leur facilité de mise en forme, résistance aux chocs, aux variations de température, à l'humidité, aux détergents,... les rendent utiles dans tous les domaines : emballage, bâtiment, automobile, électricité, etc. Il existe un grand nombre de plastiques aux propriétés différentes, on les classe en trois grandes catégories:

- les thermoplastiques,
- les thermodurcissables
- et les élastomères [9].

### **I.9. Emballage des boissons gazeuses**

Les boissons gazeuses contiennent de l'eau gazeuse, des arômes, des colorants, des édulcorants et des conservateurs. Le gaz  $CO_2$  provenant d'une source pure est dissous dans l'eau (la quantité varie selon les différents types de boissons). Une variété d'ingrédients tels que des agents aromatisants, des colorants, des conservateurs, des édulcorants artificiels, des antioxydants et des agents moussants sont ensuite ajoutés. Deux changements majeurs de détérioration qui se produisent dans les boissons gazeuses sont la perte de carbonatation et rancissement des huiles essentielles aromatisants. Le premier est largement fonction de l'efficacité de l'emballage en fournissant une barrière à la perméation des gaz, tandis que celle-ci peut être empêchée par l'utilisation d'arômes et d'antioxydants de haute qualité, et la désaération du mélange avant carbonatation. Le rancissement oxydatif est réduit par l'efficacité de l'emballage à fournir une barrière à la perméation des gaz.

L'industrie des boissons est l'une des premières à faire l'objet d'investissements massifs pour l'expansion et la mise à niveau technologique. L'emballage des boissons à la fois gazéifié et

non gazéifié, est une branche technologique complexe de l'industrie de la transformation des aliments / de l'emballage.

La traditionnelle bouteille en verre consignée a cédé la place à de nouveaux contenants en plastique ainsi que des cartons. La tendance actuelle est d'améliorer les contenants conventionnels, d'étendre leur part sur le grand marché, de prolonger la durée de conservation des produits, d'offrir une plus grande commodité aux consommateurs et, finalement, de produire des emballages économiques [10].

### **I.10. Bouteille en PET :**

Les bouteilles en PET remplies à chaud sont conçues environ 1,5 fois plus lourdes que les bouteilles remplies à froid. Des nervures et des rainures de renforcement sont également prévues le long de la circonférence et de la base de la bouteille. Après les opérations de remplissage et de bouchage, le liquide continue à se refroidir, ce qui entraîne la formation de vide. La paroi de la bouteille peut se déformer sous l'influence du vide, et cela problème est surmonté en prévoyant des panneaux sous vide dans la paroi latérale du conteneur.

Généralement, des niveaux inférieurs de copolymère PET sont préférés et des viscosités intrinsèques d'environ 80 sont acceptables [11].

#### **I.10.1. Interaction contenant/contenu :**

La qualité d'un produit emballé doit être anticipée - à commencer par sa conception - pour s'assurer qu'il tout au long de sa durée de vie au sein de la chaîne logistique et jusqu'à l'utilisateur final (qu'il s'agisse d'un utilisateur professionnel ou consommateur), y compris lors du traitement de l'emballage en fin de la durée de vie du produit et le niveau de qualité attendu par le consommateur/utilisateur doivent également être présent pendant toute la durée de vie du produit.

La qualité d'un produit correspond au respect des caractéristiques définies par l'entreprise mettant le produit sur le marché à travers un cahier des charges décrivant toutes les éléments du produit :

- Sécurité sanitaire
- Organoleptique (visuel, texture, goût, odeur, etc.)
- Composition et valeur nutritionnelle (liste des ingrédients, stabilité du produit, etc.)
- Actifs et services revendiqués rendus
- Quantité.....etc.



La démonstration de conformité concernant la compatibilité emballage-contenu doit être effectuée par les acteurs entourant le produit emballé (cette compatibilité emballage-contenu comporte une obligation réglementaire ; voir chapitre 3 Réglementations et normes). Dans ce document, la compatibilité emballage-contenu est définie comme la garantie que qualités (caractéristiques organoleptiques, sécurité et hygiène...) et ses propriétés intrinsèques (intégrité, état de fonctionnement, etc.) sont présentes tout au long de la durée de vie du produit [12].

### **I.11. Législation de l'emballage ou Mentions obligatoires :**

Le règlement européen de 1935/2004 fixe les règles applicables de manière générale à tous matériaux (plastique, verre, carton, acier, ...) destinés à être mis au contact des aliments et tous types d'emballages (bouteille, canette, barquette, ...). C'est pourquoi ce règlement s'appelle un règlement-cadre.

Il renvoie aux directives ou règlements applicables qui précisent les règles d'aptitude à l'alimentation contact spécifique à certains matériaux d'emballage, par exemple :

- Règlement 10/2011 du 14 janvier 2011 relatif aux matériaux et objets en matière plastique destinés à venir en contact avec des aliments donne une liste de substances autorisées pouvant être utilisées dans une fabrication d'emballages en plastique et la quantité maximale possible de ces substances qui peuvent migrer de l'emballage sans aucun risque pour le consommateur.
- Règlement 450/2009 du 29 mai 2009 relatif aux matériaux actifs ou intelligents, qui, selon les cas, interagissent avec le contenu, ou fournissent des informations sur celui-ci
- Règlement européen 282/2008 du 27 mars 2008 relatif aux matières plastiques recyclées (donc notamment les emballages), qui impose aux industriels la mise en œuvre de filières de recyclage bénéficiant d'une autorisation délivrée par autorité européenne de sécurité sanitaire. Son but étant d'assurer l'aptitude au contact alimentaire des nouveaux articles produits (par exemple, une bouteille d'eau en plastique fabriquée avec un part de matière recyclée).
- Directive du Conseil 84/500 du 15 octobre 1984 relative aux articles en céramique qui fixe des limites pour la migration du plomb et du cadmium contenus dans ce matériau et dans les additifs.

La réglementation européenne considère depuis longtemps que les emballages et les opérations de conditionnement jouent un rôle important dans la protection des aliments. Règlement 853/2004 du 29 avril 2004 relatif à l'hygiène des denrées alimentaires stipule ainsi que « les matériaux utilisés pour l'emballage et l'emballage ne doivent pas être une source de contamination. Les matériaux d'emballage doivent être stockés de manière à ne pas être exposés à un risque de contamination [13].

### **I.12.Tendances en matière d'emballage**

Selon **Pierce McTigue (2020) du Packaging Digest**, les tendances futures en matière d'emballage répondront à la fois aux souhaits du consommateur et aux exigences de l'industrie alimentaire, c'est-à-dire :

- des emballages durables, voire un concept d'emballage sans déchets, sont en préparation. Les entreprises doivent promouvoir des emballages à la fois sûrs pour le Consommateur et respectueux de l'environnement, par exemple des emballages recyclables tels que papier, verre et matériaux métalliques (voir les chapitres 2, 3 et 4, respectivement), des emballages d'origine biologique et biodégradable ;
- la transparence vis-à-vis des consommateurs, car ils exigent de l'honnêteté quant à la composition des produits alimentaires ainsi qu'à leurs contenants (additifs, perturbateurs endocriniens) et à la manière dont ils sont fabriqués. L'emballage traditionnel se voit réinventé pour adopter une formulation claire et précise et, s'il y a lieu, faire apparaître des informations transparentes qui révèlent ce qu'il contient ;
- la sophistication des emballages permet d'obtenir un message (marketing) visible. Ce message peut être affiné avec des couleurs audacieuses, simples mais sophistiquées, Et des gros caractères pour communiquer la confiance et le respect (marquage des emballages et étiquetage;
- une cohérence avec l'image de marque du produit ;
- les emballages sophistiqués, parce que les consommateurs aiment leurs appareils Intelligents et que l'utilisation accrue de la technologie, à son tour, fait pression sur les entreprises pour qu'elles proposent des « emballages intelligents » (emballages actifs et intelligents [14].

# {CHAPITREII}

## **Le PET (poly éthylène téréphtalate)**

### **II.1. Introduction**

Le poly (éthylène téréphtalate) (PET) est largement utilisé dans l'industrie alimentaire, notamment pour les boissons et les eaux conditionnées. La préférence de ce polyester comme emballage de l'eau est due à son inertie chimique et à ses propriétés physiques comme la transparence, la légèreté, l'étanchéité aux gaz et la facilité du recyclage l'eau [15].

### **II.2. Définition :** $(C_{10}H_8O_4)_n$

Le PET (Polyéthylène Téréphtalate) est une matière plastique du groupe des polyesters. Le PET est produit à 100% à partir du pétrole. Près de 1,9 kg de pétrole brut donnent environ 1kg de PET. Très léger, il est incassable et recyclable à 100%. Grâce à ses propriétés exceptionnelles, les possibilités d'utilisation du PET sont pratiquement illimitées. De ce fait, la croissance du plastique PET, ces dernières années, a atteint des taux incroyables. La production annuelle mondiale de bouteilles en PET atteint quelques 120 milliards de cols [16].

### **II.3. Historique :**

Le PET a été synthétisé en 1941 par British Petroleum. Les premières productions industrielles et applications commerciales ont débutés dans les années 1950. La FDA (Food and Drug Administration américaine) l'autorise en 1976 pour le conditionnement des boissons. Les premières souffleuses avec bi-orientation pour le PET apparaissent à la fin des années 1970. Les années 1980 voient le début de l'essor commercial du PET pour le conditionnement des boissons, d'abord carbonatées puis pour les eaux minérales. Les années 1990 voient le développement de nouvelles applications (jus de fruits, remplissage à chaud, flacons plats, bière...). Les cadences maximales des souffleuses passent de 3 600 bouteilles par heure en 1980 à plus de 70 000 aujourd'hui [17].

### **II.4. La synthèse du PET :**

La voie de synthèse la plus utilisée dans l'industrie des emballages est la polyestérification. La première étape de ce procédé consiste en une pré-polycondensation du téréphtalate de diméthyle avec l'éthylène glycol qui conduit majoritairement au bis-2-hydroxyéthyl téréphtalate (BHET) avec un mélange d'oligomères de très bas poids moléculaire.

La deuxième étape consiste en la polycondensation du BHET accélérée par des catalyseurs à base d'antimoine ou germanium [18].

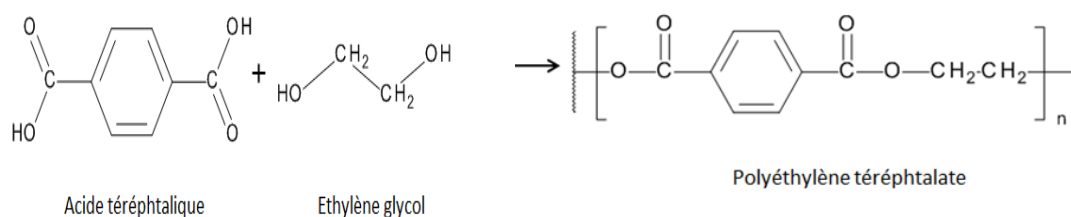


Figure II.1 : Unité constitutive du polyéthylène téréphthalate (PET)

### **II.5. Procédés de synthèse du PET**

Les deux principaux procédés de synthèse du PET utilisées dans l'industrie sont :

- l'estérification de l'acide téréphthalique et de l'éthylène glycol ;
- la trans-estérification du diméthyle téréphthalate et de l'éthylène glycol.

#### **II.5.1 Synthèse par estérification :**

Le procédé d'estérification directe s'agit, dans un premier temps, de la réaction de l'acide téréphthalique (TA) et de l'éthylène glycol (EG) avec élimination d'eau jusqu'à l'obtention d'un degré de polymérisation moyen en nombre (DP<sub>n</sub>) de l'ordre de 5 à 10 monomères /chaîne. Cette estérification a lieu à chaud entre 260 et 280°C et sous pression de 2 à 6 bars. La réaction de l'acide téréphthalique et de l'éthylène glycol ne nécessite pas la présence d'un catalyseur puisque les groupements acides carboxyliques du TA sont réactifs et catalytiques [19].

#### **II.5.2 Synthèse par transestérification :**

Quand les réactifs EG et diméthyle téréphthalate (DMT) sont en présence, le mélange est porté à une température variant entre 160 et 180°C, sous vide. L'addition d'un catalyseur (sel métallique) est nécessaire (figure I.3).

Lorsque le rapport [EG]/[DMT] est compris entre 1,7 et 2, le catalyseur est désactivé pour éviter une augmentation de la vitesse de dégradation thermique du polymère. A la fin de la réaction, les excès en EG et en méthanol sont distillés [20].

## II.6. Propriétés du PET

### II.6.1. Propriétés physique du PET :

La viscosité est l'une des propriétés les plus importantes du PET est sa viscosité intrinsèque. Elle dépend de la longueur des chaînes de polymère. Plus les chaînes sont longues, plus le matériau est dur et donc sa viscosité augmente. Selon sa viscosité, le PET ne va pas être utilisé dans le même domaine.

**Le Tableau II .1 :** Représente les applications du PET en fonction de sa viscosité [21].

| <b>Applications</b>     | <b>Indices de viscosité (ml/g)</b> |
|-------------------------|------------------------------------|
| <b>Fibres</b>           | 55- 68                             |
| <b>Films</b>            | 57- 66                             |
| <b>Bouteilles</b>       | 72- 85                             |
| <b>Fils industriels</b> | 80-90                              |

Le PET peut se trouver sous la forme amorphe ou semi-cristalline. Sa densité varie de 1,30 à 1,40. L'analyse thermique du PET permet de montrer la présence de trois transitions principales, comme l'indique la figure II.2. La première est la transition vitreuse. Elle est réversible et correspond à une variation de la mobilité moléculaire des chaînes de la phase amorphe. En dessous de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ), située généralement vers  $80^\circ\text{C}$ , le polymère est figé par des interactions physiques fortes. Au-dessus, la mobilité moléculaire augmente (phénomène endothermique) et il devient caoutchoutique; ses propriétés élastiques augmentent et il devient moins rigide. Cette seconde transition apparaît vers  $145^\circ\text{C}$  et correspond à une recristallisation du PET amorphe dont le maximum du pic de cristallisation correspond à la température de cristallisation ( $T_c$ ). Cette transition exothermique apparaît pour des matrices dont le taux de cristallinité initial est relativement faible et disparaît progressivement lorsqu'il augmente. Enfin, la troisième transition est endothermique et se situe vers  $260-270^\circ\text{C}$ . Elle correspond à la fusion des cristallites à la température de fusion ( $T_f$ ) du PET [21-22].

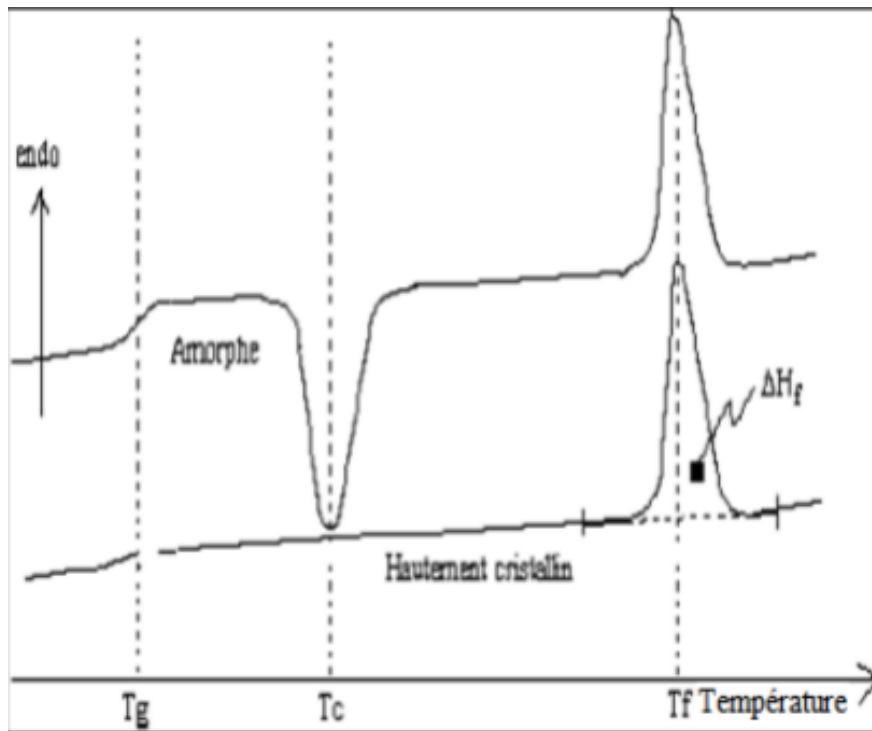


Figure II.2 : Principales transitions thermiques du PET [23]

### **II.6.2. Propriétés chimiques :**

Le PET absorbe naturellement l'eau à hauteur de 0,16 %, Ce phénomène est d'importance lorsque l'on dépasse la température de transition vitreuse du polymère ( $T_g = 75^\circ\text{C}$ ) : il se produit des réactions d'hydrolyse de la fonction ester au sein du polymère ce qui entraîne une chute du poids moléculaire et de la viscosité, et donc la dégradation partielle du PET. Tableau II.4. Stabilité de la teinture de fibres PET en fonction de leur section et de la présence d'un absorbeur ultraviolet [24].

Lorsque les produits à base de polymères sont exposés au rayonnement ultraviolet, ils peuvent se dégrader en raison de l'absorption de l'énergie lumineuse par des groupes chimiques présents, soit dans le polymère même, soit dans ses additifs ou ses impuretés. Cette absorption peut provoquer une photolyse qui correspond à la rupture des liaisons chimiques et à la création de radicaux libres. La longueur d'onde à partir de laquelle ce phénomène est observé dépend de la structure chimique du polymère (polypropylène : 330 nm, polyamide : 340 nm, polyéthylène téréphtalate : 310 nm). La photolyse peut déclencher un processus de photo-oxydation de nature radicalaire, en chaîne [25].

### II.6.3 Propriétés mécaniques :

La température de cristallisation du PET est un autre facteur qui a son importance pour La fabrication de fibres. En effet, on cherche à élever cette température au maximum. La température de cristallisation du PET est variable (160 – 180°C) et peut dépendre de certains facteurs Li [26] a montré par exemple, que la température de cristallisation augmentait si le PET est branché, en comparaison avec un PET linéaire, et peut alors atteindre 190°C. D'autre part, les propriétés barrière du PET augmentent avec le taux de cristallinité, qui se situe en général autour de 20-50 %. Il est cependant possible d'obtenir des taux de cristallinité allant jusqu'à 90 % grâce à des traitements sous pression [27].

**Tableau II.2 :** Paramètres de la maille du PET [28].

|             |                |
|-------------|----------------|
| a =4.56 nm  | $\alpha =98.6$ |
| b =5.94 nm  | $\beta = 118$  |
| c =10.75 nm | $\gamma= 112$  |

**Tableau II.3 :** Propriétés mécaniques d'échantillons de PET vierge et recyclé obtenues par injection [29,30].

| Propriétés                        | PET vierge | PET recyclé |
|-----------------------------------|------------|-------------|
| Module d'Young (MPa)              | 2140- 1610 | 3000-1430   |
| Contrainte à la rupture (MPa)     | 50-47      | 30-24       |
| Allongement à la rupture (%)      | 40-32      | 270-57      |
| Force à l'impact (J/m, ASTM D256) | 90-12      | 20-15       |

### II.7. Recyclage du PET

Les matières plastiques constituent la catégorie de matériaux sur laquelle la pression pour augmenter le taux de recyclage est la plus forte. Des statistiques ont montrés que trois plastiques : le PET, les polyamides et le polystyrène; ont plus particulièrement fait l'objet de travaux de recherches dans le domaine de recyclage [31].

La valorisation des matières plastiques est devenue un enjeu à la fois écologique, puisque le volume des déchets, produits par an et par habitant dans les pays développés, n'a cessé d'augmenter au cours de ces dernières années, créant une véritable problématique écologique



Par la pollution de l'air et des sols [32]. Elle est aussi un enjeu industriel et économique important puisque le gisement des emballages ménagers mondial représente des millions de tonnes dans la partie majeure sont des bouteilles de plastiques à recycler.

Le PET, grâce à son comportement technologique et à son importance quantitative sur le marché, est un bon candidat au recyclage. Actuellement le débouché principal du PET recyclé.

### **II.8. L'origine du succès du PET**

Le PET est utilisé dans son état amorphe. Dans cet état, le PET présente la capacité de promouvoir, sous l'action de la déformation, une phase cristalline induite née de l'orientation moléculaire. Cette phase cristalline est à l'origine du renforcement considérable des propriétés mécaniques de la bouteille (comme cela a été expliqué dans le paragraphe III.5). L'utilisation du PET a permis la réalisation de bouteilles 30% plus légères que celles fabriquées à partir de polychlorure de vinyle (PVC) à résistance mécanique équivalente. D'autre part, le PET offre une grande transparence optique. En effet, la taille des cristaux formés lors de la déformation (quelques dizaines de nanomètres) est suffisamment faible par rapport aux longueurs d'ondes du rayonnement visible pour garantir une bonne transparence de la bouteille. Le PET présente aussi des propriétés barrières au CO<sub>2</sub> très attractives, ce qui a contribué à son succès sur le marché du conditionnement des boissons carbonatées [33].

Le PET a les qualités suivantes:

- Apparence du verre ;
- Solidité / résistance aux chocs ;
- Bonnes propriétés barrières (CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, et H<sub>2</sub>O) ;
- Conforme aux exigences alimentaires ;
- Economique (faible coût).

### **II.9. Applications du PET**

Le PET s'est d'abord développé dans le domaine du textile (fils et fibres) et du film (emballage, arts graphiques, photos, audio et vidéocassettes), puis dans les fils industriels (bandes transporteuses, renforts pour pneumatiques, tissus pour sérigraphie) et aujourd'hui, de plus en plus, dans les corps creux, grâce à la parfaite maîtrise de la cristallisation (cinétique et

Morphologie cristalline) qui permet de concilier transparence et propriétés thermomécaniques [34].

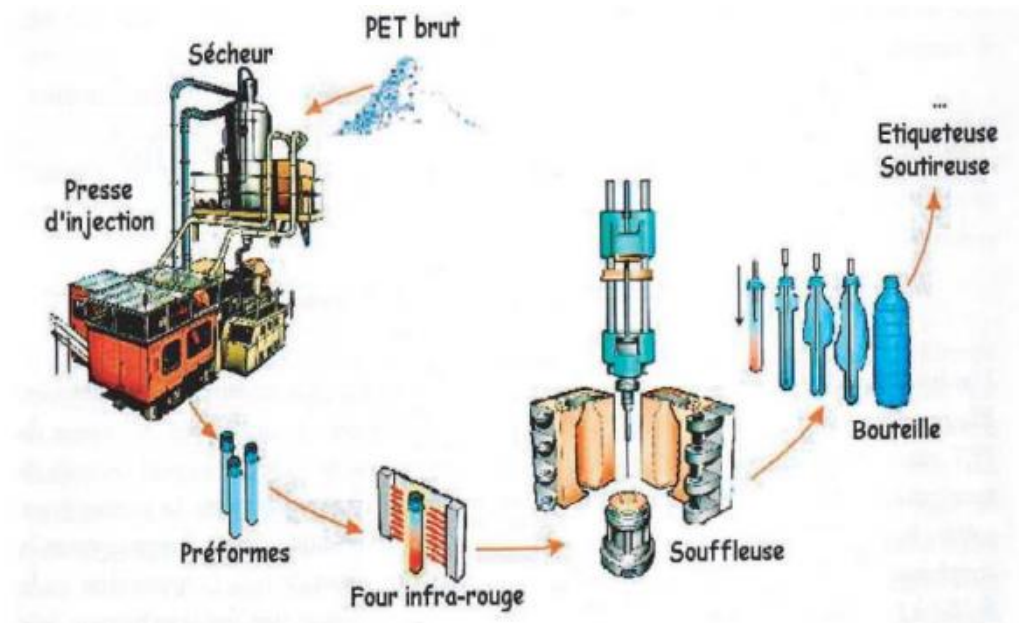
Grâce à des propriétés exceptionnelles du PET telles que la transparence cristalline, légèreté, solidité et longue durée de vie ainsi qu'à sa capacité de recyclage, le PET se retrouve dans trois domaines d'application principaux : les fibres, les films et les bouteilles. Les propriétés et caractéristiques moléculaires du PET dépendent énormément de son application. Ainsi, la sélection du grade approprié pour telle ou telle application est déterminée par la mesure de sa viscosité intrinsèque, dont la valeur est directement liée à la masse moléculaire du matériau

Les indicateurs utilisés dans les procédés industriels pour qualifier les grades de PET obtenus sont :

- la viscosité intrinsèque de 0,80 à 0,84 dl/g pour les bouteilles pour boissons carbonatées et de 0,70 à 0,70 dl/g pour des bouteilles des cellules minéral [35],
- le taux de fonction acide carboxylique : voisin de 15 à 35 mmoles COOH/kg,
- le taux de diéthylène glycol : il doit être compris entre 1 et 1,5 %,
- la concentration en acétaldéhyde,
- $L^*$ ,  $b^*$  et  $a^*$  sont les indices colorimétriques caractérisant le jaunissement du PET.
- le taux de co-monomères isophtaliques : de 1,5 à 2 %,
- les températures de transition vitreuse moyenne ( $T_g = 69 \text{ }^\circ\text{C}$ ) et de fusion ( $T_f = 265^\circ\text{C}$ ).

### **II.10. Mise en œuvre des bouteilles en PET**

La première étape de la transformation à l'état fondu du polymère est l'injection. Le polymère est injecté à haute température (environ  $280^\circ\text{C}$ ) dans un moule froid constituant une forme de base pour l'élaboration de bouteilles (figure II.3). Au cours de la deuxième étape, la préforme est bi-étirée par soufflage à chaud et sous pression afin d'obtenir la bouteille définitive.



**Figure II.3 :** Illustration du procédé de mise en forme des bouteilles en PET [36].

### **II.10.1 Le procédé optimal :**

Les granulés de PET sont très hygroscopiques et doivent être sécher pour pouvoir être transformés en préformes. Les particularités pour l'injection des préformes sont les suivant :

- la plastification dans une vis d'extrusion est conçue pour minimiser le cisaillement et la stagnation de la matière [37].

### **II.10.2 Processus d'injection des préformes en PET :**

Les presses comportent la plupart du temps un pot de transfert pour séparer les fonctions plastification et injection (amélioration de la cadence et de la qualité) ;

Le distributeur de moule à canaux chauds (manifold) est conçu pour minimiser la stagnation de matière (réduisant ainsi le taux d'acétaldéhyde) et équilibrer le remplissage des empreintes du moule. Ils sont le plus souvent avec obturateurs du point d'injection de chaque cavité ; le moule avec robot d'extraction des préformes, et souvent des dispositifs de post-refroidissement (tubes de maintien, noyaux...) permet de poursuivre un refroidissement maîtrisé des préformes en dehors du moule et d'augmenter ainsi la cadence.

- **Séchage :** Dans toute transformation du PET, il est nécessaire d'élever soigneusement les matières premières (granulés, chips) pour minimiser l'hydrolyse.

La reprise d'humidité par adsorption superficielle est rapide (moins de 15minutes) à température ambiante. En pratique, juste avant la transformation, le PET est séché dans un courant d'air ou d'azote sec et chaud (120 à 135 °C) pendant 2 à 6 heures (2 à 3 h pour la résine vierge, 3 à 4 h pour la résine ré-broyée recyclée et 4 à 6 heures pour la résine humide) dans des trémies séchantes (sécheur).

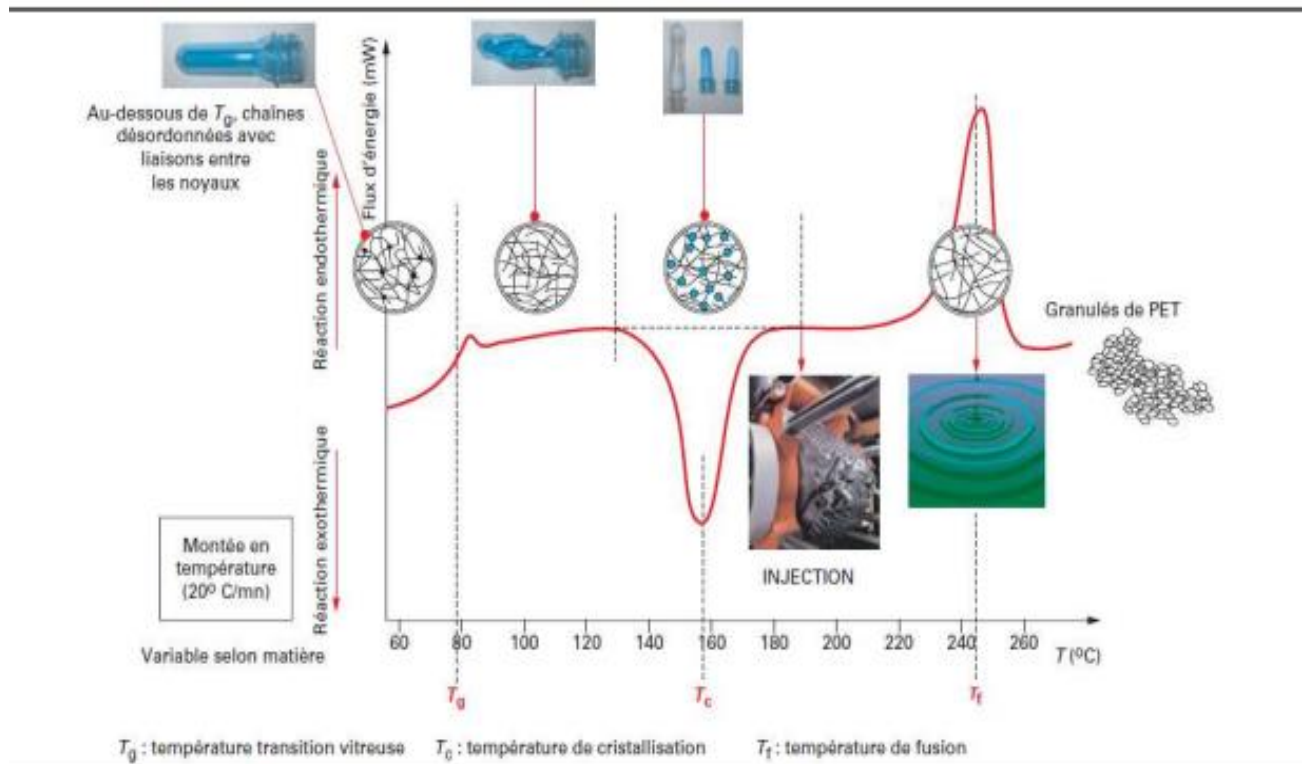


**Figure II.4 :** La trémie sécheur de PET

### **II.10.3 Moulage par injection :**

Au cours de l'injection du PET fondu dans un moule pour former une préforme très amorphe, on procède à une transformation par passage à l'état fondu où la température est donc supérieure à la température de fusion pendant 15 seconde. Le passage de la phase amorphe d'un état vitreux à un état caoutchoutique (et inversement) correspond à la température de transition vitreuse notée  $T_g$  ; cela traduit l'apparition de premiers mouvements de longs segments de chaînes.

La température de cristallisation  $T_c$  correspond au maximum du pic exothermique de cristallisation. La température de fusion  $T_f$  est la température à laquelle les cristaux ont tous fondu ; cela correspond au désordre maximal dans la matière.



**Figure II.5 :** Histoire thermique du PET amorphe au cours de la transformation [38]

**Le soufflage** de la bouteille se fait en trois étapes :

- Une tige métallique est d'abord introduite dans la préforme et pousse le fond à une vitesse de l'ordre de 1m/s.
- Une pression d'air de 5 à 9 bar (0,5 à 0,9 MPa) est ensuite insufflée dans la préforme alors que l'étirage continue un instant, puis cesse.
- La pression est enfin augmentée à 40 bars (4 MPa) pour plaquer le matériau contre le moule froid qui refroidit le PET. Cette étape dure quant à elle, 4 s.
- La préforme amorphe épaisse est ainsi transformée en une bouteille semi-cristalline mince (300 à 500 mm).



Granulés de PET



préforme



bouteille

**Figure II.6 :** Les différents états d'injection des préformes en Polyéthylène téréphtalate (PET)

## **II.11. Technique de production ou Amélioration des préformes**

### **II.11.1 Technique en monocouche :**

La technique est ancienne elle est utilisée pour la production des préformes des bouteilles d'eau, lait, huile et boissons gazeuses ....Elle est basée sur injection de granulé PET préformés dans un moule d'injection qui contient extrudeuse d'un seul vise

Le processus de fabrication des préformes PET en monocouche comprend plusieurs étapes séquentielles :

- chauffage, fusion et mélange progressifs des granulés de PET jusqu'à l'obtention d'une masse homogène;
- moulage de préformes;
- refroidissement et élimination du produit fini.



**Figure II.7 :** Extrudeuse monocouche



**Figure II.8 :** Préforme en monocouche

### **II.11.2. Technique en multicouche :**

C'est une nouvelle technique d'amélioration de la production des préformes de PET. La bouteille PET multicouche est une technologie éprouvée et fiable en général. Entre les couches de polyéthylène téréphtalate, une à cinq couches d'un autre polymère sont ajoutées, qui absorbe l'oxygène (appelé actif) ou protège des UV et de la pénétration des gaz (cette barrière est dite passive). Bien sûr, le coût d'une bouteille multicouche sera légèrement plus élevé, mais elle ne peut plus être recyclée.

Les technologies barrières sont utilisées dans le cas où un frein aux transferts de gaz ( $\text{CO}_2$  et  $\text{O}_2$ ), aux rayons UV, à l'humidité... est nécessaire. Ces technologies sont principalement utilisées dans le cas de boissons gazeuses (eaux gazeuses, bières) et dans le cas de jus de fruits et eaux aromatisées. La nécessité pour un produit d'utiliser une solution barrière est aussi conditionnée par la taille et la forme de la bouteille, ainsi que la durée de vie visée.

Les principales technologies barrières aujourd'hui sur le marché sont : les multicouches en trois ou cinq couches, avec du **Nylon** ou de l'**EVOH**.

- les blends : mélange d'un matériau barrière (type Nylon ou autre) avec le PET
- les coatings : dépôt d'une couche (en Silice ou en Carbone), à l'extérieur ou à l'intérieur de la bouteille. Dans le cadre de cette étude, les simplifications suivantes sont considérées : la qualité de barrière aux gaz de l'EVOH est similaire à celle du nylon.
- Dans la réalité, les barrières ne sont pas de qualité similaire et le temps de conservation de la boisson diffère; ce paramètre n'est pas inclus dans l'étude.



**Figure II.9** : Extrudeuse multicouche

**EN Algérie coca cola utilise cette technologie de barrière afin de garder le CO<sub>2</sub>** le plus de temps possible dans la bouteille. Cette technologie de barrière en multicouche sera appliquée pour les petites bouteilles. Cet ajout de barrière a but de garder le CO<sub>2</sub> au maximum (garder le bon goût pour le produit comme coca-cola), c'est une technologie unique en Algérie.

En multicouche on ajoute une autre matière le polymate dans la machine c'est le même principe de monocouche sauf que dans l'injection il y a 2 vises :

Là 1<sup>er</sup> pour mélanger le PET, la 2<sup>ème</sup> est pour le produit polymate (à l'intérieure). On ajoute un traceur (colorant vert) pour tester l'homogénéité de la couche.





**Figure II.10 :** La préforme de multicouche

### **II.12. Conséquences des bouteilles additives dans les filières de recyclage**

Comme souligné aux paragraphes précédents, les additifs ou colorants peuvent influencer le recyclage. Pour modéliser cette influence des additifs ou colorants à l'étape de recyclage, plusieurs cas sont étudiés :

- Utilisation du PET recyclé pour la production de nouvelles bouteilles. Ce cas illustre la situation d'un recycleur qui ne produirait du RPET que pour retour à l'emballage, grâce à la mise en œuvre d'un procédé de post-condensation (cf. explication ci-dessus). Il est illustré dans le cadre de cette étude par une bouteille : monocouche non colorée.
- Utilisation du PET recyclé pour la production de fibres. Ce cas illustre la situation d'un recycleur qui ne produirait du RPET que pour utilisation dans une application fibres. Il est illustré dans le cadre de cette étude par cinq types de bouteille : monocouche non colorée, monocouche opaque, multicouche nylon non colorée, multicouche EVOH non colorée et blend non colorée.
- Absence de recyclage du PET, ce cas illustre le cas d'une bouteille dont les caractéristiques techniques conduisent à son éjection dans certains centres de tri ou chez certains recycleurs. La bouteille n'est donc pas recyclée mais éliminée. Il est illustré dans cette étude par une bouteille : monocouche rouge, car ces bouteilles font partie des bouteilles actuellement éjectées par certains recycleurs [39].

# **Partie**

# **Expérimentale**

# {CHAPITRE III}

## **Matériaux et Techniques de Caractérisation**

### III.1 Présentation de lieu de stage :

#### **SGT, Société Générale des Techniques**



- Spécialiste de l'emballage en PET, la Société Générale des Techniques propose, depuis plus de 30 ans, des solutions performantes pour le conditionnement des liquides.
- Leur expérience élargie des matières plastiques, notamment du PET, ainsi que leur savoir-faire associé à des matériels d'injection de haute technicité leur permettent de proposer une gamme de préformes monocouche PET en constante évolution.
- Les productions couvrent les besoins des embouteilleurs en proposant un large choix de cols et de poids de préformes PET dans tous les coloris.
- Certifiée FSSC 22000, la société SGT répond également à toutes les exigences en matière de sécurité alimentaire et de bonnes pratiques d'hygiène.

Avec la création de la filiale algérienne, la SGT se rapproche de ses clients des pays du Maghreb et leur apporte des solutions locales adaptées à leurs besoins et leurs modes de vie, tout en favorisant sa politique RSE (Responsabilité Sociétale et Environnementale). Le groupe duplique ainsi son savoir-faire industriel en exportant 9 machines sur le site de Sétif. L'usine de Rouïba, quant à elle, est équipée de 16 presses à injecter des préformes en PET.

Des offres localisées, un outil industriel de dernière technologie et des experts de 30 ans de métier permettent à la SGT Algérie SPA d'asseoir sa position de leader dans le nord du continent africain.

En plus des préformes en PET, la SGT ALGERIE SPA complète son offre en proposant 11 catégories de bouchons en PEHD (polyéthylène haute densité) pour les cols : 29/25, 30/25 Bague Haute, 33mm, 38 mm, 38 mm Hot Fill, 28 mm, 48 mm et 28 PCO 1810/1881 ainsi que des poignées en plastique pour les gros volumes. Un troisième site à Sétif entièrement dédié à

la fabrication de bouchons ouvre ses portes en mai 2018. Avec ses 7 presses à injecter des bouchons, la SGT Algérie SPA accroît sa capacité de production à 2 milliards d'unités par an.



**Figure III.1 : Société Générale des Techniques SPA**

### **III.2 Matériaux utilisés :**

#### **III.2.1 Préforme de PET (préforme mono et multi couches) :**

##### **Caractéristiques physiques :**

**Tableau III.1 : Caractéristique physique des préformes en PET.**

| Préforme en PET    | Unité      | Valeur value | Mini  | Max   |
|--------------------|------------|--------------|-------|-------|
| Masse moyenne      | gramme     | 19.00        | 18.7  | 19.3  |
| Longueur           | Millimétré | 79.20        | 78.7  | 79.7  |
| Hauteur de col     | Millimétré | 17.00        | 16.8  | 17.2  |
| Diamètre moyenne   | Millimétré | 33.00        | 32.70 | 33.30 |
| Diamètre intérieur | Millimètre | 21.74        | 21.64 | 21.84 |
| Epaisseur          | Millimétré | 3.85         | 3.65  | 4.05  |

## Caractéristique chimique :

**Tableau III.2 :** Caractéristique chimique des préformes en PET.

| Préforme en PET        | Unité | Valeur value | Mini | Max |
|------------------------|-------|--------------|------|-----|
| Teneur en acétaldéhyde | Ppm   | < 5          | –    | 5   |

### **III.2.2 Présentation des préformes PET : (monocouche et multicouche) :**

Une préforme est un produit intermédiaire qui est ensuite soufflé en un contenant en polyéthylène téréphtalate (PET). Les préformes ont des goulots, des poids, des couleurs et des formes différentes, et sont spécifiquement conçues pour respecter les besoins de nos clients, quel que soit leur secteur d'activité.



**Figure III.2 :** Préformes mono et multicouche

### **III.3. Matériels utilisés :**

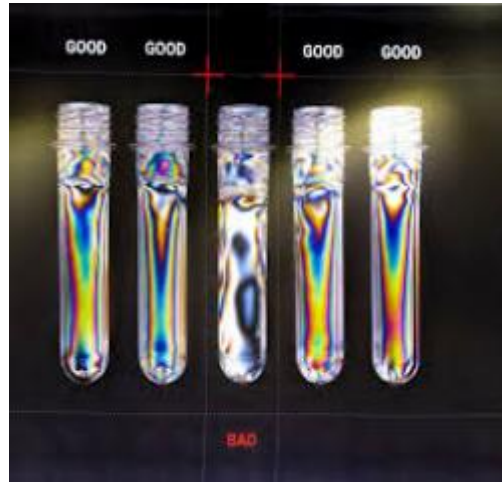
Pour réaliser les analyses physico-chimiques des produits finis (préformes) , plusieurs instruments ont été utilisés dans le laboratoire de SGT :

#### **III.3.1 Polariscopes pour préforme (visionneur de stress sur PET) :**

Cet appareil est conçu pour observer et analyser la répartition de la tension interne dans les préformes.



**Figure III.3 :** Polariscope



**Figure III.4 :** Flux de préformes sous polariscope

- **Mode opératoire**

Faire passer et exposer les préformes prélevées sous la source de la lumière polarisée de l'appareil à un angle de 45 °,

- **Caractéristiques techniques de l'appareil**

Zone de visu: 330mm x 150mm

Dimensions: 400 (L) x 302 (l) x 305 (H) mm

Lumière source: 2 x 18watt (Fluorescent lampes)

Alimentation: 220/240 volts

### **III.3.2 Mesure de Poids :**

La moyenne de poids de préforme est 19 gr avec une tolérance de 0,3 gr

- **Objectif :** La détermination du poids est faite pour le but de savoir si la préforme adéquate au processus de soufflage



**Figure III.5 :** Balance analytique

Les balances de laboratoire permettent d'effectuer des pesées de masses avec une précision allant jusqu'à 0,01mg.

- **Choix de la balance**

Plusieurs critères doivent être pris en compte dans le choix d'une balance. La charge maximale et la précision de la mesure sont des critères importants.

1. la précision varie généralement de 0,001g à 0,00001g (0,01mg) suivant les modèles.
2. la portée maximale est souvent de 220g, mais peut dépasser les 300g.

La plupart des balances sont actuellement certifiées Bonnes Pratiques de Laboratoire (BPL) et comprennent des programmes d'application: statistiques, pesée en %, comptage, détermination de masse volumique. Elles permettent également le traitement des données par ordinateur (ou une imprimante) et sont certifiées ISO9001.

- **Règles pour réaliser une pesée précise :**

1. La balance doit être de niveau. Pour cela mettre la balance hors tension et la placer sur une surface plane. Un niveau à bulle permet de vérifier et de contrôler le réglage du niveau. Régler le niveau à l'aide des pieds réglables jusqu'à ce que la bulle soit au centre du niveau.
2. Les mesures doivent s'effectuer portes fermées. Après avoir éventuellement effectué la tare, placer la pièce à peser dans le contenant (sabot de pesée).



3. Ne pas s'appuyer sur la paillasse supportant la balance. Les moindres vibrations perturbent la mesure.
4. Nettoyer avec précaution la balance après utilisation.

### III.3.3 Pied à coulisse digital : (Mesure du diamètre de préforme)



**Figure III.6 :** Pied à coulisse digital pour mesure de diamètre

Le pied à coulisse est un Instruments de mesurage dimensionnel, composé essentiellement de deux parties coulissantes. Un pied à coulisse a pour fonctions de mesurer trois types de dimensions :

- Des dimensions extérieures, épaisseur, diamètre, d'une pièce, par les becs principaux
- Des dimensions intérieures d'un perçage, alésage d'une pièce par les petits becs supérieurs ;
- La profondeur d'un trou ou la hauteur d'une pièce posée sur un support par la jauge de profondeur.

Le pied à coulisse est équipé d'une vis de blocage du vernier, et d'un écran d'affichage pour la lecture des valeurs et il possède les fonctions ON/OFF, avec une précision de  $\pm 0,02$  mm.

Les normes utilisées par la SGT sont illustrés dans le tableau suivant :

**Tableau III.3 :** Les normes des diamètres des préformes

| Diamètre          | Unité      | Min   | Max   |
|-------------------|------------|-------|-------|
| Intérieur         | Millimétré | 21.64 | 21.84 |
| Moyen collerettes | Millimétré | 32.70 | 33.30 |

### Mesureur d'épaisseur manuel :

L'appareil est un instrument destiné à mesurer l'épaisseur des pièces de forme complexe et de taille diverses. Il permet d'effectuer des mesures non destructives dans des zones exigües comme des angles ou des rainures avec un rayon de 0,8 mm. L'afficheur indique simultanément l'épaisseur mesurée et la valeur minimale rencontrée.



**Figure III.7 :** Pied à coulisse digital pour mesure d'épaisseur

L'appareil est considéré comme l'outil indispensable dans l'industrie de l'emballage plastique.

Cet appareil est généralement constitué d'un boîtier afficheur, avec rétro-éclairage et réglage du contraste, peut afficher simultanément, la mesure en cours, l'épaisseur minimale, l'état des alarmes et le nom du fichier ; une sonde à bille reliée avec le boîtier avec un câble et un Support de sonde.

Les normes tolérées pour cette mesure sont exposés dans le tableau suivant :

**Tableau III.4 :** Normes des épaisseurs des préformes

| Epaisseur | Unité      | Min  | Max  |
|-----------|------------|------|------|
|           | millimètre | 3,65 | 4,05 |

### III.3.4 Jauge de la perpendicularité :

La jauge de la perpendicularité est un instrument de mesure qui permet de vérifier que le corps d'une préforme est perpendiculaire à la surface de la bague.

L'appareil est constitué d'un support rigide, conçu pour maintenir les préformes en position pour des mesures précises. Et aussi un afficheur numérique pour afficher les valeurs de corps



**Figure III.8 :** Jauge de la perpendicularité

### **III.3.5 Mesure de la quantité en Acétaldéhyde :**

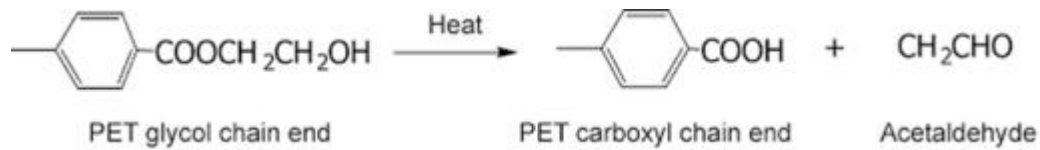
- **Objectif de l'analyse:**

Pour le stockage de boissons dans des bouteilles en PET, la minimisation de l'AA dans la paroi de la bouteille est nécessaire car elle peut s'infiltrer dans la boisson et altérer son goût. Les résines PET d'aujourd'hui peuvent facilement répondre aux exigences d'emballage de boissons fortement aromatisées telles que les colas (<8 ppm d'AA dans les préformes). Cependant, l'application la plus stricte est le conditionnement d'eau potable pour laquelle des préformes avec moins de (5 ppm) d'AA sont nécessaires.

L'acétaldéhyde (AA), ou éthanal «  $C_2 H_4 O$  », est un composé volatil appartenant à la grande famille des aldéhydes, une classe de produits chimiques organiques contenant un groupe formyle. En 2009, le Centre international de recherche sur le cancer (CIRC) et l'Organisation mondiale de la santé ont conclu que l'AA est un cancérogène du groupe N° 1 pour l'homme.

Dans le domaine de fabrication des bouteilles en plastique, l'AA est généré principalement par la dégradation thermique du PET, il se forme en tant que produit parallèle pendant la

fabrication et la transformation du PET, l'interaction de la chaleur avec les chaînes PET en fusion.



**Figure III.9 :** Mécanisme de la dégradation thermique du PET

Le but de cet analyse est de déterminer le taux de AA dans les préformes afin de le maîtriser et le minimiser pendant le processus de l'injection.

- **Appareil de chromatographie en phase gazeuse (CPG)**

L'instrument fabriqué par la société piovan « Italie » pour mesurer de l'acétaldéhyde dans les préformes en PET, par chromatographie en phase gazeuse (CPG), ce dernier est présenté dans la figure suivante :



**Figure III.10 :** CPG : analyseur acétaldéhyde PET

L'appareil est principalement composé de deux unités :

- **Générateur d'hydrogène** : il est utilisé pour le but de produire de l'hydrogène gazeux à la demande, à partir d'électrolyse de l'eau.
- **Unité d'analyseur** : contient
  - 1/ une cellule de désorption, dans laquelle l'échantillon est introduit,
  - 2/ une chambre d'analyse équipée d'une colonne de séparation optimisée pour la séparation d'acétaldéhydes,
  - 3/ un ensemble complexe de vannes permettant de manipuler les fluides dans le système,
  - 4/ un système de détection,
  - 5/ un moyen de traitement de données et de commande,
  - 6/ un boîtier à température contrôlée contenant lesdits composants,
  - 7/clavier industriel 8/ écran d'affichage et commande.

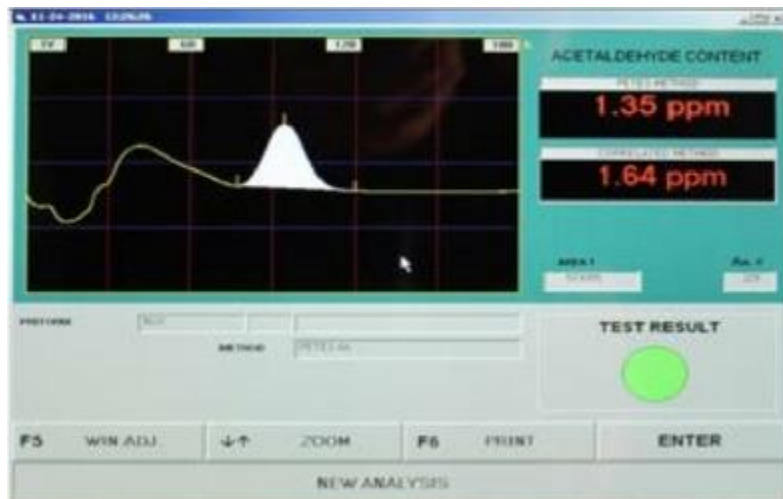
**Mode opératoire :**

- Prélever de la moulée 3 préformes de numéro « 1-30-72 », (Empreintes critiques, dans lesquelles l'AA principalement élevé).
- Introduire 1 préformes dans la cellule de désorption
- Sélectionner la référence intégrée, et lancer le test à appuyer sur le bouton d'entre
- Après 30 minutes, le résultat sera affiché sur l'écran en valeur de ppm
- L'opération se répète sur les 3 préformes de la moulée prélevée
- Les résultats ne doivent pas se dépassent la valeur de 5 ppm, pour considérer que les préformes sont conformes.

**Tableau III.5** : Des normes tolérées en Acétaldéhyde

| Acétaldéhyde | Unité | Normes |
|--------------|-------|--------|
|              | ppm   | < 5    |

Lors de l'analyse par CG nous obtenons le chromatogramme illustré dans la figure suivante :



**Figure III.11 :** Test pour l'évaluation de la durée de conservation du CO<sub>2</sub> (SGT)

**Mode opératoire :**

Remplissage des bouteilles du même produit (boisson gageuses) dans les mêmes conditions

Pendant 12 semaines jusqu'à 3 mois

R3 : PET pur standard

R1 : Matière multicouche peu

R2 : Matière multicouche plus

**Tableau III.6 : Des conditions de test de CO2**

| Evaluation après CO2                 |  |              |              |
|--------------------------------------|--|--------------|--------------|
|                                      | PET (R3)                                     | 5% MXD6 (R1) | 3% MXD6 (R2) |
| Forme                                | Cylindrique                                  |              |              |
| Volume (L)                           | 0,25   |              |              |
| Masse (g)                            | 15,9   |              |              |
| Bouteilles de dessin                 | 1107775502                                   |              |              |
| Préforme de dessin                   | 1107789901                                   |              |              |
| CO2 dry ice (g)                      | $(\text{volume à ras bord} * 0,007/4) * 4,2$ |              |              |
| Initial carbonique au<br>(vol CO2/l) | 4,2 volumes                                  |              |              |
| Température de<br>stockage °C        | 22   |              |              |
| Casquette                            | Casquettes blanches (bricap)                 |              |              |

# {CHAPITRE IV}

## Résultats et discussions



**IV .1 Caractéristique physique de la préforme monocouche en PET :****Contrôle d'observation visuel :****IV.1.1 Mesure de poids moyen des préformes monocouche :**

On a procédé 3 préformes pour mesurer prise de poids les résultats obtenus sont présentés sur le tableau suivant :

**Tableau IV.1.1 :** Résultats obtenus des prises de poids des préformes monocouche.

| Masse moyenne | Unité  | Valeur value |
|---------------|--------|--------------|
| M1            | Gramme | 19.10        |
| M2            | Gramme | 19.00        |
| M3            | Gramme | 19.00        |

Les résultats de poids des 3 préforme monocouche sont incluses dans les normes régulières, donc ils sont conformes.

**IV.1.2 Mesure de la longueur :**

On a procédé 3 préformes pour mesurer la longueur de la préforme les résultats obtenus sont présentés sur le tableau suivant :

**Tableau IV.1.2 :** Résultats obtenus de la longueur des préformes monocouche.

| Longueur | Unité      | Valeur value |
|----------|------------|--------------|
| L1       | Millimètre | 78.90        |
| L2       | Millimètre | 79.20        |
| L3       | Millimètre | 78.90        |

Les Résultats des valeurs de la longueur sont inclus dans les normes régulières, donc ils sont conformes.

#### **IV.1.3 Hauteur du col :**

On a procédé 3 préformes pour mesurer la longueur de la préforme les résultats obtenus sont présentés sur le tableau suivant :

**Tableau IV.1.3 :** Résultats obtenus de la hauteur du col des préformes monocouche.

| Hauteur | Unité      | Valeur value |
|---------|------------|--------------|
| H1      | Millimètre | 17.00        |
| H2      | Millimètre | 17.10        |
| H3      | Millimètre | 17.10        |

Les valeurs de la hauteur du col sont incluses dans les normes régulières.

#### **IV.1.4 Diamètre :**

On a pris 3 préformes différentes pour mesurer le diamètre moyen et le diamètre intérieur. Les résultats obtenus sont présentés sur le tableau suivant :

Diamètre moyen :

**Tableau IV.1.4 :** Résultats obtenus du diamètre moyen des préformes monocouche

| Diamètre | Unité      | Valeur value |
|----------|------------|--------------|
| D1       | Millimètre | 33.00        |
| D2       | Millimètre | 32.90        |
| D3       | Millimètre | 32.90        |

Les valeurs de diamètre moyen sont aux normes régulières.

#### **IV.1.5 Diamètre intérieur :**

**Tableau IV.1.5 :** Résultats obtenus du diamètre intérieur des préformes monocouche.

| Diamètre | Unité      | Valeur value |
|----------|------------|--------------|
| D1       | Millimètre | 21.74        |
| D2       | Millimètre | 21.77        |
| D3       | Millimètre | 21.75        |

Les valeurs de diamètre intérieur sont incluses dans les normes régulières, donc il est conforme.

#### **IV.1.6 Epaisseur :**

On a pris 3 préformes pour la mesurer de l'épaisseur moyenne, les résultats obtenus sont présentés sur le tableau suivant :

**Tableau IV.1.6 :** Résultats obtenus de l'épaisseur des préformes monocouche.

| Epaisseur | Unité      | Valeur value |
|-----------|------------|--------------|
| E1        | Millimètre | 3.85         |
| E2        | Millimètre | 3.82         |
| E3        | Millimètre | 3.84         |

Les valeurs de l'épaisseur sont conformes aux normes régulières.

#### **IV.2. Caractéristique physique de la préforme multicouche en PET :**

##### **- Contrôle d'observation visuel :**

Pour déterminer les mesures des paramètres physiques des préformes multicouches cités dans les paragraphes précédent on a procédé la même manière pour les préformes monocouches :

##### **IV.2.1 Mesure de poids moyen des préformes multicouche :**

Les résultats des poids des 3 préformes multicouches sont présentés dans le tableau suivant, en remarque qu'elles obéissent aux normes régulières.

**Tableau IV.2.1 :** Résultats obtenus des prises de poids des préformes multicouche.

| Masse moyenne | Unité  | Valeur value |
|---------------|--------|--------------|
| M1            | Gramme | 19.00        |
| M2            | Gramme | 18.90        |
| M3            | Gramme | 18.80        |

##### **IV.2.2 Mesure de la longueur :**

Les résultats des valeurs de la longueur déterminés sont présentés dans le tableau ci-dessous. On remarque qu'elles répondent aux normes régulières.

**Tableau IV.2.2 : Résultats obtenus de la longueur des préformes multicouche.**

| Longueur | Unité      | Valeur value |
|----------|------------|--------------|
| L1       | Millimètre | 79.10        |
| L2       | Millimètre | 79.30        |
| L3       | Millimètre | 78.90        |

#### **IV.2.3 Hauteur du col :**

Les valeurs de la hauteur du col présenté dans le tableau ci-dessous sont incluses dans les normes régulières.

**Tableau IV.2.3 : Résultats obtenus de la hauteur du col des préformes multicouche.**

| Hauteur | Unité      | Valeur value |
|---------|------------|--------------|
| H1      | Millimètre | 16.90        |
| H2      | Millimètre | 16.90        |
| H3      | Millimètre | 17.00        |

#### **IV.2.4 Diamètre :**

De même pour la mesure de diamètre moyen les résultats obtenus, on remarque qu'elles sont conforme aux normes présentées dans le tableau ci-dessous

**Tableau IV.2.4 : Résultats obtenus du diamètre moyen collerette des préformes multicouche.**

| Diamètre | Unité      | Valeur value |
|----------|------------|--------------|
| D1       | Millimètre | 33.00        |
| D2       | Millimètre | 32.80        |
| D3       | Millimètre | 33.10        |

#### **IV.2.5 Diamètre intérieur :**

**Tableau IV.2.5 : Résultats obtenus du diamètre intérieur des préformes multicouche.**

| Diamètre | Unité      | Valeur value |
|----------|------------|--------------|
| D1       | Millimètre | 21.69        |
| D2       | Millimètre | 21.78        |
| D3       | Millimètre | 21.77        |

#### IV.2.6 Epaisseur :

Pour la mesure de l'épaisseur des préformes en multicouches Les valeurs obtenues montrent que ces préformes sont incluses dans les normes régulières.

**Tableau IV.2.6 :** Résultats obtenus du diamètre intérieur des préformes multicouche.

| Epaisseur | Unité      | Valeur value |
|-----------|------------|--------------|
| E1        | Millimètre | 4.00         |
| E2        | Millimètre | 4.00         |
| E3        | Millimètre | 3.84         |

#### Conclusion :

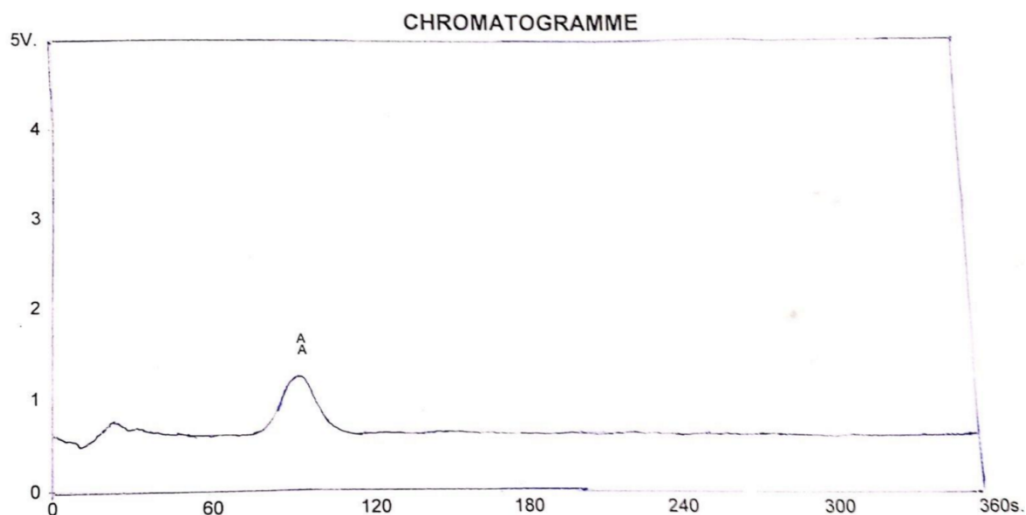
On remarque que tous les résultats de mesure des paramètres physiques des préformes (monocouche et multicouche) sont similaires donc ils ont les mêmes caractéristiques physiques.

#### IV.3. Caractéristique chimique de préforme PET monocouche et multicouche :

Pour la mesure de la teneur d'acétaldéhyde présent dans les préformes en PET, une chromatographie en phase gazeuse a été utilisée. Les courbes obtenues nous ont permis de déterminer la quantité de l'acétaldéhyde qui se présente dans le tableau ci-dessous, en remarquant qu'elles obéissent à la norme qui est de 5 ppm.

**Tableau IV.3 :** Résultats obtenus d'acétaldéhyde des 3 préformes monocouche.

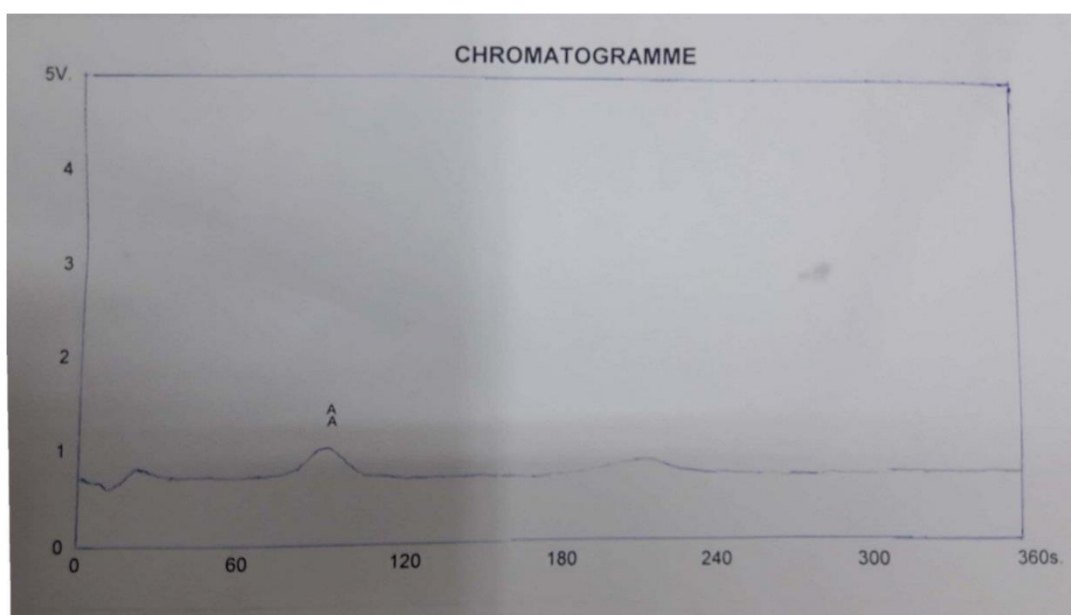
| Teneur en acétaldéhyde | Unité | Valeur value |
|------------------------|-------|--------------|
| T1                     | ppm   | 2.20         |
| T2                     | ppm   | 3.50         |
| T3                     | ppm   | 3.55         |



**Figure IV.1.** Chromatogramme de mesure de la teneur en Acétaldéhyde en PET monocouche  
On a procédé de la même manière pour les préformes multicouches les résultats sont présentés par le tableau suivants :

**Tableau IV.4 :** Résultats obtenus d'acétaldéhyde des 3 préformes multicouche.

| Teneur en acétaldéhyde | Unité | Valeur value |
|------------------------|-------|--------------|
| T1                     | ppm   | 3.36         |
| T2                     | ppm   | 4.35         |
| T3                     | ppm   | 4.38         |



**Figure IV.2.** Chromatogramme de mesure de la teneur en Acétaldéhyde en PET multicouche

De même remarque que les valeurs de teneur en acétaldéhyde des préformes multicouches sont incluses dans les normes régulières.

#### II.4. Résultats d'évaluation de la durée de conservation CO<sub>2</sub> SGT :

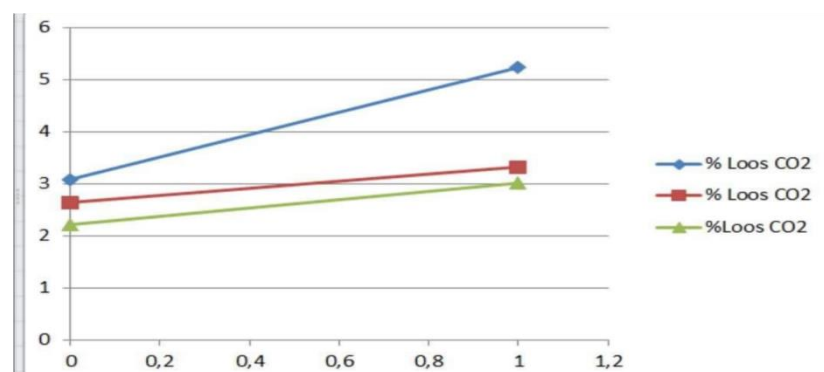
Les mesures de quantité de CO<sub>2</sub> contenus dans les différentes préforme en PET R1, R2 et R3 montre que les pertes de gaz sur une durée de 12 semaines sont les suivantes :

- R2 : De 4.2 CO<sub>2</sub> on a perdu 0,68 présenté par la fonction
- R1 : De 4.2 on a perdu 0,80 présenté par la couleur rouge par la fonction
- R3 : De 4.2 on a perdu 2,15 présenté par la couleur bleu

De ce faite plus la préforme est injectée la matière en multicouche plus les pertes en CO<sub>2</sub> sont minimale.

**Tableau IV.5:** Résultats des pertes en CO<sub>2</sub> sur les préformes en PET

| Nombre de semaines de test                          | Test final |      |      |
|---|------------|------|------|
| Spécification coca-cola <1 L. Durée du conservation | 12         |      |      |
| % perte/semaine                                     | 2,15       | 1,68 | 0,80 |



**Figure II.4 :** Résultats d'évaluation de la durée de conservation CO<sub>2</sub>, obtenu en SGT

**{ Conclusion générale }**



## Conclusion générale

Le poly éthylène téréphtalate (PET) est largement utilisé dans l'industrie alimentaire, notamment pour les boissons et les eaux conditionnées. La préférence de ce polyester comme emballage de l'eau et de la boisson gazeuse est due à son inertie chimique et à ses propriétés physiques comme la transparence, la légèreté, l'étanchéité aux gaz et la facilité du recyclage l'eau.

L'objectif de ce travail est l'étude du développement d'une nouvelle forme du PET en multicouche destinée à l'emballage des boissons gazeuse de Coca-cola. Cette forme qui permettra d'augmenter la durée de conservation du CO<sub>2</sub> en cet emballage.

Pour cela une étude a été élaborée pour déterminer les paramètres physicochimiques des différents préformes mono couche et multicouches de PET.

- Les résultats ont montrés que les mesures du poids moyen des préformes, mesure du diamètre intérieure et extérieur, mesure de l'épaisseur, le test du visionneur de stress sur PET. Toutes ces mesures ont montés que les préformes obéissent aux normes réglementées.
- La chromatographie en phase gazeuse de la forme multicouche et monocouche du PET nous a permis de déterminer la quantité de l'acétaldéhyde présente en préformes, Celle de la monocouche est égale 2,20 ppm et celle du multicouche est égale à 4,34 ppm. Ces deux valeurs ne dépassent pas les normes réglementés qui sont de 5 ppm.
- L'évaluation du taux de perte de CO<sub>2</sub> en forme monocouche nous a donné une valeur de 2,15 % sur une durée de 12 semaines, cependant celle obtenue pour la forme multicouche est égale à 0,68 %.

De ce fait les multicouches sont la nouvelle technologie de barrière qui est utilisée pour le frein aux transferts de gaz de CO<sub>2</sub> afin de conserver le plus long possible le produit alimentaire conditionné.

## Référence bibliographique

- [1] : Guide de l'emballage alimentaire.
- [2] : L'emballage alimentaire et l'innovation écologique dans toutes leurs dimensions  
Gon tard N.1, Guillard V.2, Gaucel S.1, Guillaume C.2 Innovations Agronomiques 58 (2017),  
1-9.
- [3] : Analyse du cycle de vie d'une bouteille en PET pour boisson Etude pour Elipso,  
Valorplast et Eco-Emballages Juin 2010.
- [4] : Guide de l'emballage alimentaire American Society for Testing and Materials  
www.astm.org.
- [5] : Coles R. 2003. Introduction. In: Coles R, McDowell D, Kirwan MJ, editors. Food  
packaging technology. London Publishing, CRC Press. p 1–31., U.K.: Blackwell.
- [6] : Food Packaging—Roles, Materials, and Environmental Issues KENNETH MARSH,  
PH.D., AND BETTY BUGUSU, PH.D. Vol. 72, Nr. 3, 2007—JOURNAL OF FOOD  
SCIENCE R39.
- [7] : Innovations Agronomiques 58 (2017), 1-9.
- [8] : Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et  
pharmaceutiques, Frédéric DEBEAUFORT, Kata GALIĆ, Mia KUREK, Nasreddine  
BENBETTAIEB et Mario ŠČETAR. © ISTE Editions 2022.
- [9]: Food and Beverage Packaging Technology, Second Edition. Edited by Richard Coles and  
Mark Kirwan. © 2011 by Blackwell Publishing Ltd. Published 2011 by Blackwell Publishing  
Ltd.
- [10] : PACKAGING OF BEVERAGES Beverage and Food World, Sep '02, 30-32,  
Packaging Aspects of Fruits Beverages by K. R. Kumar.
- [11] : Beverage and Food World, Sep '02, 30-32, The Right PET for the Product by Chuck  
Kern.
- [12] : Packaging & Content Compatibility, French Packaging Association – All rights  
reserved – June 2017.
- [13] : Le règlement européen (Annexe II, Chapitre X, Dispositions applicables au  
conditionnement et emballages de denrées alimentaires).
- [14] : ANIA (Association Nationale des Industries Alimentaires) (2020). Economie circulaire  
et Gestion des emballages : les entreprises alimentaires en action [Online] PDF [Accessed 13  
April 2020].

- [15]. Packaging Materials. Polyethyleneterephthalate (PET) for food packaging applications. Report Series. International Life Science Institute (ILSI), 2001.
- [16]. Etude des systèmes technique industriels, soufflage et embouteillage des eaux', dossier technique, septembre 2003.
- [17]. BERNARD PLANTAMURA, 'Soufflage de corps creux bi-orientés', am3700, technique de l'ingénieur, 2012, PARIS.
- [18] S. Fakirov, Handbook of thermoplastic polyesters. Vol.1, Wiley-VCH, Weinheim, 2002.
- [19] K. L. Nait-Ali, Le PET recyclé en emballages alimentaires : approche expérimentale et modélisation, thèse de doctorat, université Montpellier II, France, 221p (2008)
- [20] J. Scheirs et T. E. Long, Modern polyesters: chemistry and technology of polyesters and copolyesters , John Wiley& Sons Ltd, England, 763p (2003).
- [21] J.P.QUENTIN, PET ou polyéthylènetéréphthalate. Techniques de l'Ingénieur, J6488, (2004). [7] :P. DUMAZET. « Cristallisation et comportement rhéologique d'un composite PET/fibres de verres ». Thèse de Doctorat. Lyon : Université Lyon I. 1991, 230 p.
- [22] L. Gouisse, Etude de l'effet des paramètres de transformation et des extenseurs de chaînes sur les propriétés du poly (éthylène téréphthalate) (PET) recyclé, thèse de doctorat université Ferhat Abbas Sétif 1, Algérie, 145p (2015).
- [23] P.Y. Pennarun, Migration à partir de bouteilles en PET recyclé. Elaboration et valorisation d'un modèle applicable aux barrières fonctionnelles, thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne-France, 281p (2001),
- [24] ACHWAL W. B. - Use of UV absorbers for minimising photodegradation of disperse dyes as well as polyester fiber, Colourage, 1994, June, pp. 21-22.
- [25] Etude du vieillissement des produits textiles de type sangles, élingues et cordes toronnées. Rapport de l'IFTH (2004), 64 pp
- [26] G. LI, S.L. YANG, J.M. JIANG et C.X. WU, Polymer, 46, 11142-11148,(2005)
- [27] U. KÖNCKE, G. ZACHMANN et F.J. BALTA-CALLEJA, Macromolecules, 29, 6019-6022, (1996).
- [28]: Daubeny R.P., Caubeny R.P., Bunn C.W., et Brown C.J., "the crystal structure pet" proc. Roy. Soc.Lon.Vol. a 226, P.531-542. (1954)
- [29] :A. J. MULLER et al. « The calorimetric and mechanical properties of virgin and recycled poly (ethyleneterephthalate) from beverage bottles ». Polymer Engineering and Science, 1987, Vol. 27, P. 796-803
- [30] :J. C. RIFFIN. « Evaluation of PET and recycled PET as replacements for a PETG packaging tray ».Journal of Plastic Film and Sheeting, 1996, Vol. 12, p.139-148.

- [31] :ADEME. « Recyclage chimique des matières plastiques.» [en ligne]. Disponible sur : .  
(Consulté le : 20/11/2010).
- [32] :B. SWOBODA. «Amélioration du comportement au feu de poly (éthylène téréphtalate) et d'alliages poly (éthylène téréphtalate)/polycarbonate recyclés». Thèse de Doctorat. Lyon : Université Montpellier II Science et Technique du Languedoc. 2007, 279 p.
- [33] J.P QUENTIN, 'PET ou polyéthylène téréphtalate', j6488, Techniques de l'ingénieur, 2004
- [34] M. PICARD, 'Evolution de la microstructure d'un PET lors du bi-étirage soufflage; corrélation au durcissement structural', octobre 2008.
- [35] BENOIT COSSON, 'Modélisation et simulation numérique du procédé de soufflage par bi-orientation des bouteilles en PET : évolution de microstructure, évolution de comportement', Novembre 2008
- [36] BERNARD PLANTAMURA, 'Soufflage de corps creux bi-orientés', am3700, technique de l'ingénieur, 2012, PARIS.
- [37] DETERRE R., FROYER G., 'Introduction aux matériaux et polymères'. Techniques et documentations, 1997, PARIS