



Université A. MIRA - Béjaïa -
Faculté des Sciences Exactes
Département de Chimie

Mémoire de Master

Présenté par :

Mr SALHI Foudel

et

Mr SALHI Mounir

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Option : Analyse

Etude et optimisation de quelques paramètres de valorisation des bouteilles en Polyéthylène Téréphtalate (PET) en fibres de polyester

Soutenu le : 30.06.2012

Devant le jury composé de MM.

BENMERRAD	Belkacem	MCB	Président
BOUFALA	Khaled	MCB	Examineur
AIT AMOKHTAR	Hakim	MCA	Rapporteur
MOUSSACEB	Karim	MCA	Co-Rapporteur

--- Promotion 2011-2012 ---

Remerciement

Cette étude a été réalisée au niveau de la SARL RET PLAST, unité de transformation des bouteilles de polyéthylène téréphtalate (PET) en fibres de polyester sise à MEZLOUG, Wilaya de SETIF.

Nous tenons tout d'abord à exprimer nos remerciements à notre encadreur Mr H. Ait Amokhtar et co-encadreur K. Moussaceb de ce travail, pour leurs conseils judicieux, leurs suggestions pertinentes qui nous ont énormément aidé pour la réalisation de ce travail.

Nous remercions également les responsables de l'entreprise RET PLAST pour leur accueil. En particulier, monsieur H. Baouche (co-encadreur) pour son soutien durant le stage et Houda, responsable de qualité au niveau de l'entreprise.

Nous tenons aussi à exprimer nos sincères reconnaissances à Mr.L.Djouadi, chef des ressources humaines au niveau de RET PLAST pour ses services généreux.

Nous souhaitons particulièrement remercier les membres du jury qui nous font l'honneur de juger notre travail.

Enfin, nos remerciements vont à Mr M. Salhi, enseignant à l'université de BEJAIA, pour son soutien et à tous nos amis qui ont apporté leurs aides pour réaliser ce travail.

Dédicace

A la mémoire de mon frère fares, je lui dédie ce modeste travail. Paix à son âme.

A mes parents, Pour leur amour et leurs sacrifices.

A mes adorables frères et sœurs.

A mes nièces et neveux.

A mes cousins et cousines.

A mes meilleurs ami(es) et à tous mes copains.

A tous ceux qui me sont chers.

« *Foude!* »

Dédicace

Je dédie ce travail :

- A mes parents qui ont veillé sur moi.*
- A toute ma famille.*
- A mon frère, mes sœurs et amis(es) qui ont toujours été à mes côtés.*
- A ma fiancée.*
- A mes collègues de la promotion ainsi que les enseignants.*
- A mon oncle Farid pour son soutien.*

« Mounir »

Liste des abréviations

PVC	Polychlorure de vinyle.
PS	Polystyrène.
HDPE	Polyéthylène haute densité.
LDPE	Polyéthylène basse densité.
PET	Polyéthylène Téréphtalate.
PP	Polypropylène.
PMMA	Poly méthacrylate de méthyle à l'état amorphe.
PEBD	Polyéthylène basse densité.
NaOH	Hydroxyde de sodium.
HCl	Chlorure d'hydrogène.
MFI	Melt Flow Index.
DMT	Téréphtalate de diméthyle.
AT	Acide téréphtalique.
EG	Ethylène glycol.
η	Viscosité intrinsèque.
T_f	Température de fusion.
T	Température.
T_g	Température de transition vitreuse.
A %	Taux d'allongement.
PCI	Pouvoir calorifique inférieur.
E	Module de relaxation.
R	Module d'élasticité.
N	Newton.
G	Gramme.
ppm	Partie par million.
mP	Méga pascal.
H	Heure.
dL	Décilitre.
mM	Millimètre.
cN	Centi Newton.
gPa	Giga Pascal.
kJ	Kilo Joule.
mJ	Méga Joule.
kG	Kilo gramme.
min	Minute.
°C	Degré Celsius.

Liste des figures

N° de figure	Titre	Page
1	(a). Polymère linéaire, (b). Polymère réticulé.	3
2	Polymère branché.	4
3	Schématisation de la structure type d'une pelote statistique.	4
4	Schématisation du repliement des chaînes dans un monocristal.	5
5	Structure d'un polymère semi-cristallin.	5
6	Variation du module de relaxation (E) en fonction de la température pour un polymère thermoplastique semi-cristallin.	9
7	Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate.	10
8	Réaction d'estérification entre l'acide téréphtalique et l'éthylène glycol.	11
9	Réaction de transestérification entre le diméthyle téréphtalate et l'éthylène glycol.	11
10	Dégradation hydrolytique du PET.	13
11	Dégradation thermique par rupture ionique.	13
12	Dégradation thermo-oxydative du PET.	14
13	Schéma de principe de la valorisation.	15
14	La source de l'acide chlorhydrique HCl.	16
15	Mécanisme de la formation de l'acétaldéhyde.	17
16	Structure semi-cristalline d'une fibre.	20
17	Diagramme de valorisation du PET.	22
18	Stock de balles des bouteilles PET collectées.	23
19	Densité de quelques impuretés qui perturbent le recyclage du PET.	25
20	Cuve de lavage.	26
21	Paillètes de classe A et H.	27
22	Tank où se déroule le séchage.	30
23	Schéma de principe d'une extrudeuse monovis.	31
24	Processus de fabrication des fibres synthétiques (exemple du filage) à l'état fondu du polyéthylène téréphtalate).	33
25	Fibre pleine de frises synthétisée à partir du PET.	35
26	PET recyclé de fibres discontinues de polyester.	35
27	Mesure de l'indice de fluidité par le Melt Flow Tester.	40

28	Appareil de mesure de l'indice de fluidité de l'unité RETPLAST.	41
29	Dynamomètre de l'unité RETPLAST.	42
30	Effet du temps de séjour sur la qualité du lavage des écailles.	44
31	Effet de la température de l'eau sur la qualité du lavage des écailles.	45
32	Influence de la concentration de la soude sur la qualité des écailles.	46
33	Variation de la ténacité de la fibre en fonction de type de classe de paillètes.	47
34	Variation de la ténacité de la fibre en fonction de l'indice de fluidité à 260°C.	48
35	Principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle.	50
36	Analyse de la régression.	51
37	Variation de type de classe en fonction du temps de séjour.	53
38	Variation de type de classe en fonction de la concentration de la soude.	55
39	Variation de type de classe en fonction de la température de l'eau du lavage.	56
40	Variation de la ténacité en fonction de type de classe.	59
41	Variation de la ténacité en fonction de l'indice de fluidité à 260°C.	60

Liste des tableaux

N° de tableau	Titre	Page
1	Caractéristiques de quelques thermoplastiques.	7
2	Application du PET en fonction de sa viscosité.	12
3	Propriétés mécaniques d'échantillons de PET vierge et recyclé obtenues par injection.	15
4	Propriétés mécaniques d'un PET recyclé en fonction du taux de PVC dans la matrice.	17
5	Minimum requis pour la transformation à l'état fondu de paillettes de PET recyclé.	18
6	Viscosité intrinsèque du PET en fonction de son application.	19
7	Critère de classification de la classe A.	28
8	Critère de classification de la classe B.	28
9	Critère de classification de la classe C.	28
10	Critère de classification de la classe H.	29
11	Echelle de classification des écailles.	29
12	Paramètres de qualité de la fibre de polyester.	36
13	Taux d'impuretés pour les différents échantillons.	38
14	Variation de type de classe de paillettes en fonction du temps de séjour des paillettes dans la cuve du lavage.	52
15	Valeurs des critères statistiques du modèle choisi le type de classe en fonction le temps de séjour.	53
16	Variation de type de classe de paillettes en fonction de la concentration de la soude dans la cuve du lavage.	54
17	Valeurs des critères statistiques du modèle choisi le type de classe en fonction la concentration de la soude.	54
18	Variation de type de classe de paillettes en fonction de la température de l'eau de lavage dans la cuve.	55
19	Valeurs des critères statistiques du modèle choisi le type de classe en fonction de la température de l'eau du lavage.	56
20	Variation de la ténacité de la fibre en fonction de type de classe.	57
21	Valeurs des critères statistiques du modèle choisi pour la ténacité de la fibre synthétisée selon le type de classe.	58
22	Variation de la ténacité de la fibre en fonction de type de classe.	59
23	Valeurs des critères statistiques du modèle choisi pour la ténacité de la fibre synthétisée selon l'indice de fluidité.	60

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION GENERALE..... 1

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES POLYMERES

I.	Définition d'un polymère	3
II.	Structure des polymères	4
II.1	Structure amorphe	4
II.2	Structure cristalline	5
II.3	Structure semi-cristalline	5
III.	Synthèse des polymères.....	6
IV.	Les matières plastiques.....	6
IV.1	Définition	6
IV.2	Les principaux polymères	6
IV.3	Caractère viscoélastiques des polymères	8
V.	Le polyéthylène téréphtalate (PET).....	9
V.1	Présentation du PET	9
V.2	Synthèse du PET	10
V.3	Propriétés physiques du PET	11
V.4	Recyclage et valorisation du PET.....	14
V.5	Contaminants du PET recyclé.....	16
V.6	Propriétés nécessaires au PET recyclé.....	18
VI.	Domaines d'applications du PET	18
VI.1	Concept de Fibre	19
VI.2	Structure semi-cristalline des fibres synthétiques.....	19
VI.3	Propriétés et applications de la fibre PET	20

CHAPITRE II : DESCRIPTION DU PROCEDE DE TRANSFORMATION DU PET EN FIBRES DE POLYESTER

I.	Diagramme de valorisation du PET	22
II.	Préparation des paillètes du PET.....	23

III.	Produit obtenu après le procédé broyage - lavage.....	27
III.1	Quelques problèmes influençant la qualité de produit obtenu.....	27
III.2	Critères de classification	27
III.3	Echelle de classification.....	29
IV.	Transformation des paillettes du PET en fibres polyester.....	29
V.	Paramètres de qualité de la fibre polyester synthétisée au niveau de RET PLAST ...	36

**CHAPITRE III : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX DE LA TRANSFORMATION
DES BOUTEILLES DU PET EN FIBRES**

I.	Broyage et lavage	37
I.1	Méthode de classification des paillettes	37
I.2	Influence des paramètres du lavage sur la qualité des paillettes	39
II.	Transformation des paillettes du PET en fibre polyester	39
II.1	Etude de l'influence du caractère rhéologique (viscosité) du PET fondu sur la qualité de fibres de polyester (ténacité)	39
II.2	Etude de l'influence du type de classe sur la ténacité de la fibre de polyester .	42
III.	Analyse des données expérimentales	43

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSIONS

I.	Influence des paramètres de lavage sur la qualité des paillettes	44
II.	Influence des paramètres type de classe et la rhéologie (MFI) du PET sur la qualité de la fibre de polyester	46
III.	Optimisation des paramètres de la valorisation du PET en fibres de polyester	48
III.1	Introduction.....	48
III.2	Résultats de l'analyse	52
III.2.1	Type des paillettes en fonction : temps du séjour, concentration de la soude et température de l'eau du lavage	52
III.2.2	Ténacité de la fibre de polyester en fonction: type de classe et indice de fluidité du PET fondu.....	57
III.3	Conclusion	61
	CONCLUSION GENERALE.....	62
	ANNEXE : Présentation de la Sarl RET PLAST	64
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	66

INTRODUCTION GENERALE

La production industrielle des polymères (artificiels ou de synthèse) s'inscrit dans une histoire vieille seulement d'un siècle. L'apparition des premiers polymères dans la vie courante s'est faite avec des matériaux dits "régénérés". De nos jours, les polymères représentent un marché considérable. D'après la Société Française de Chimie, 4% des matières premières pétrolières seraient destinées à la synthèse des plastiques.

Derrière le terme « plastique » se cachent des produits fabriqués à partir du pétrole qu'on peut classer en trois grandes familles : les thermoplastiques (PVC, PET, HDPE, PP, ...etc.), les thermodurcissables et les élastomères.

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est l'un des plastiques qui occupe une place importante vu son utilisation croissante, en particulier, pour l'emballage des boissons. En effet des millions de tonnes de déchets de PET sont produits annuellement dans le monde. Ces déchets du PET possèdent un inconvénient majeur qui est leur résistance à la biodégradation. Une des solutions pour les diminuer ou les éliminer est le recyclage. Ce dernier demande un travail important de tri et de nettoyage des déchets ainsi qu'une sélection rigoureuse du procédé. Le recyclage mécanique est une technologie éprouvée qui permet de transformer les déchets du PET en recyclât, qui peut être sous forme de broyage, de poudre ou de granulat, pour être utilisé comme matière première secondaire pour la fabrication de nouveaux produits.

Le polyester est actuellement la fibre synthétique la plus importante au niveau mondial et se situe à la deuxième place derrière le coton, non seulement en terme de production mais aussi en ce qui concerne son utilisation finale. Le polyester, qui représentait moins de 1% de la production mondiale en 1960, constitue actuellement environ le quart de la quantité totale de fibres produites. Ce succès très rapide s'explique par son large éventail d'application, que ce soit dans le secteur de l'ameublement, de l'industrie automobile ou de l'habillement.

L'objectif de ce travail est d'étudier les paramètres d'optimisation de processus de valorisation du PET recyclé issu de bouteilles post consommées en fibres de polyester au niveau de l'unité de recyclage et de transformation de plastique RET PLAST, sise à SETIF (ALGERIE). En effet, le bon déroulement de la transformation nécessite un ensemble de recommandations soit dans la partie broyage-lavage ou dans la partie mise en forme (fibre). La connaissance des propriétés mécaniques et physicochimiques (température de fusion, la rhéologie, la structure chimique, ...etc.) du PET permet d'assurer un fonctionnement idéal de la valorisation.

Ce mémoire est organisé en quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique approfondie sur les propriétés et le recyclage du PET.

Le second chapitre décrit les différentes étapes du procédé de valorisation des bouteilles PET en fibres de polyester spécial à l'unité RET PLAST.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les différents dispositifs expérimentaux utilisés dans cette étude en décrivant le protocole expérimental adopté pour la classification des paillètes issues de procédé broyage-lavage. Nous étudions également l'influence du caractère rhéologique (Indice de fluidité) sur la résistance mécanique (ténacité) de la fibre de polyester.

Le chapitre quatre expose l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus pour déterminer l'effet des paramètres du lavage sur la classification des écailles de PET ainsi que l'influence du caractère rhéologique du PET fondu et le type de classe sur la qualité de la fibre de polyester produite. Les résultats expérimentaux sont discutés et analysés par la suite.

Nous terminons notre étude par une conclusion et quelques recommandations.

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LES POLYMERES

I. DEFINITION D'UN POLYMERE

Le concept de polymère a moins d'un siècle, parce que pendant longtemps les chimistes n'ont pas admis qu'une molécule pouvait être très longue. Un polymère est en effet une macromolécule obtenue par la répétition d'une unité constitutive, encore appelée unité de répétition, comportant un groupe d'atomes liés par des liaisons covalentes. Les termes « unité constitutive » et « unité de répétition » sont, de nos jours, préférés à « motif monomère » ou « unité monomère » [1].

Les motifs monomères peuvent être arrangés suivant un enchaînement unidimensionnel constituant des chaînes linéaires (polymères linéaires) (Figure 1.a) ou bien être reliés entre eux pour former un réseau tridimensionnel (polymère réticulé) (Figure 1.b).

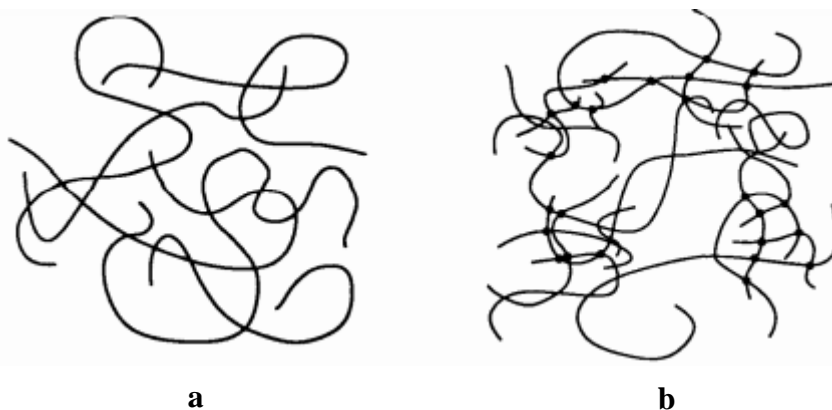


Figure 1. (a). Polymère linéaire, **(b).** Polymère réticulé [2].

Dans certains cas, les méthodes industrielles de production des homopolymères ne conduisent pas à des chaînes rigoureusement linéaires ; on observe la formation de ramifications courtes ou longues qui jouent un rôle important sur les propriétés rhéologiques du matériau [2].

Cette structure moléculaire du polymère dite branchée (Figure 2) est une longue chaîne sur laquelle viennent s'embrancher des chaînes de longueurs variables, en général plus petites [3].

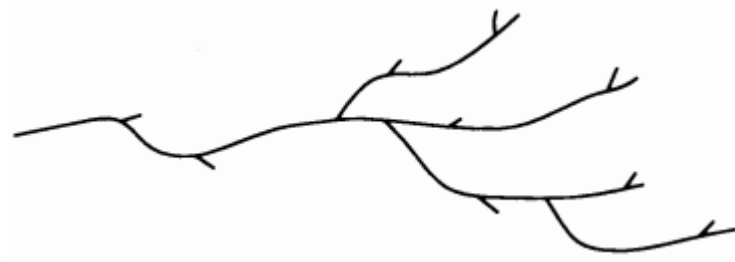


Figure 2. Polymère ramifié

II. STRUCTURE DES POLYMERES

Les macromolécules peuvent être constituées d'un seul type de motif, c'est le cas des homopolymères, ou de motifs différents (A, B,...etc.) qui s'arrangent au hasard, en blocs (AA...BB...) ou en séquences alternées (ABAB,... etc.). Dans le cas où il y a deux motifs différents dans la chaîne on obtient un copolymère ; avec trois motifs il s'agit d'un terpolymère ; beaucoup plus rarement on trouve des tétrapolymères [2].

A l'échelle macroscopique, les polymères ont essentiellement deux structures différentes. L'état amorphe qui est caractérisé par une structure de type pelote statistique (Figure 3), dans laquelle on ne distingue aucun ordre à grande échelle. L'état cristallin qui lui est caractérisé par un ordre à grande distance (Figure 4) [4].

II.1 Structure amorphe

Les zones dites « amorphes » correspondent à une structure comparable à celle des liquides, caractérisés par l'absence d'ordre à grande distance. Il n'y a pas de distance constante entre les macromolécules et aucune régularité dans l'arrangement et l'orientation de celles-ci dans des zones submicroniques [4].

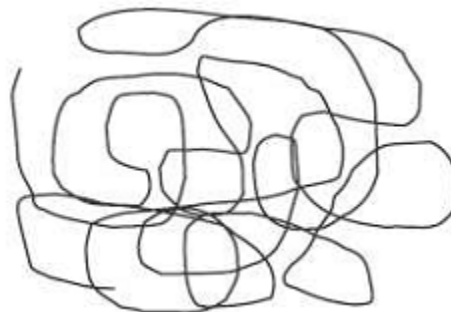


Figure 3. Schématisation de la structure type d'une pelote statistique.

II.2 Structure cristalline

Sous l'influence de certaines actions physiques, des zones ordonnées, suivant un réseau périodique, peuvent apparaître au sein d'un polymère. Dans ces zones, dites cristallines, les chaînes restent parallèles les unes aux autres. Entre elles, il s'établit un réseau d'interactions transversales qui maintient la solidité de la structure.

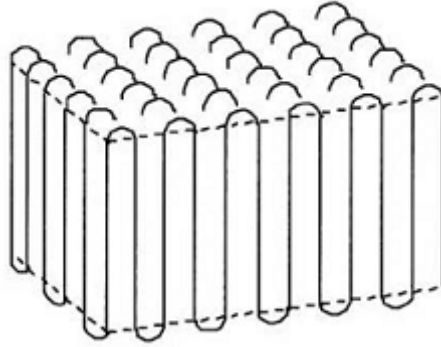


Figure 4. Schématisation du repliement des chaînes dans un monocristal [4].

II.3 Structure semi-cristalline

En réalité, un polymère totalement cristallin n'existe pas. Il contient toujours des défauts ou bien les extrémités des chaînes qui ne peuvent adopter une structure cristalline.

La morphologie semi-cristalline se présente localement comme un ensemble de lamelles cristallines, séparées entre elles par une phase amorphe (Figure 5). Les deux phases sont liées entre elles par des segments de chaînes macromoléculaires appelés molécules de lien, car ces dernières peuvent participer à la formation de plusieurs lamelles cristallines en même temps [5].

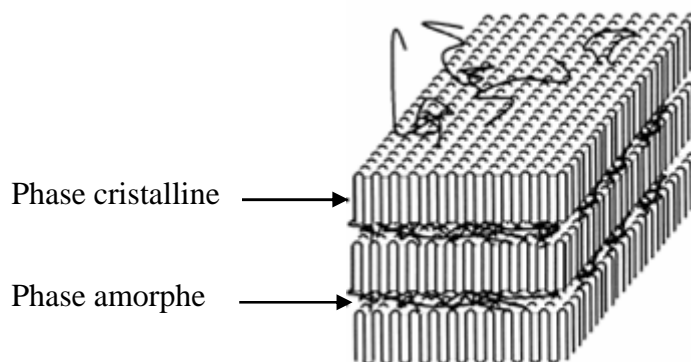


Figure 5. Structure d'un polymère semi-cristallin.

III. SYNTHÈSE DES POLYMERES

Deux types principaux de réactions permettent l'obtention de macromolécules.

- a. La polycondensation : fait intervenir des réactions classiques de la chimie organique avec élimination d'un résidu simple. La croissance des macromolécules est le résultat de réactions entre les fonctionnels réactifs des précurseurs.
- b. La polyaddition, ou polymérisation proprement dite, est une réaction en chaîne dans laquelle un centre actif initial permet la formation de macromolécules par réunion de molécules simples ou monomères.

IV. LES MATIÈRES PLASTIQUES

IV.1 Définition

Les matières plastiques existent dans la nature depuis toujours et leur capacité à changer de forme a été utilisée par l'Homme depuis très longtemps.

Le terme « plastique » se réfère à la loi de comportement d'un matériau, c'est à dire à la façon dont il va se déformer sous l'action d'efforts extérieurs. La plasticité reflète la tendance qu'a un corps à conserver son état déformé après l'arrêt de la sollicitation. Les plastiques dans l'acception que nous connaissons aujourd'hui désignent les matériaux formés par des macromolécules, répétition d'unités simples (les monomères) reliées entre elles par des liaisons covalentes et /ou Van der Waals [3].

IV.2 Les Principaux polymères

Il existe plusieurs façons de classer les matériaux polymères : suivant leur structure chimique, leur aptitude à cristalliser, leurs propriétés, leur origine naturelle ou synthétique,...etc [3]. Une classification classique est de les regrouper en trois grandes catégories : Les thermodurcissables, les thermoplastiques et les élastomères.

IV.2.1 Les thermodurcissables

Les thermodurcissables ont une structure en réseau tridimensionnel, ce qui rend leur fusion impossible. La rigidité ainsi que la stabilité thermique du polymère est liée au taux de réticulation, c'est-à-dire à la densité de points de liaison entre les chaînes macromoléculaires (Figure 1.b) [3].

IV.3.1 Les thermoplastiques

Ils sont sous forme de macromolécules liées entre elles par des forces de cohésions. Ces polymères peuvent être linéaires et denses ou modérément ramifiés, ils sont alors respectivement rigides ou plus souples. Une élévation de la température entraîne une augmentation de l'énergie de vibration de tous les atomes ; celle-ci est alors responsable de la mobilité des chaînes macromoléculaires. En effet, les liaisons latérales intermoléculaires de type interactions de Van Der Waals, énergétiquement beaucoup plus faibles que les liaisons longitudinales intramoléculaires (liaisons covalentes), sont alors rompues : les macromolécules peuvent glisser les unes sur les autres. Sous l'action d'une contrainte macroscopique externe, les mouvements de ces macromolécules chauffées peuvent être de grande amplitude, d'autant plus qu'il n'existe aucun nœud [6].

Par refroidissement, les thermoplastiques redeviennent rigides. Notons qu'ils peuvent être ainsi ramollis par chauffage et rigidifiés par refroidissement de façon répétitive [7].

Le tableau 1 montre quelques caractéristiques des polymères thermoplastiques les plus utilisés avec :

- σ_{traction} : Résistance à la traction
- MOE : Module d'élasticité en flexion.
- A : Allongement à la rupture.
- R : Résistance au choc.
- T_g : Température de transition vitreuse.

Tableau 1. Caractéristiques de quelques thermoplastiques [8, 9].

Polymère	Densité	σ_{traction} (N/mm ²)	MOE (N/mm ²)	A(%)	R (KJ/m ²)	T _g (°C)
PVC	1,5	50	2400	10-50	-	60
PS	1,05	40	2800-3500	4	-	90
HDPE	0,95	30-35	1000	700-1000	5	77
PET	1,39	2,5	3400	90	3	80
PMMA	1,19	65	3300	4	15	95
PP	0,91	20-40	1100-1600	200-1000	-	100

IV.2.3 Les élastomères

Ce sont de nature synthétique, à l'exception du caoutchouc naturel. Ces polymères ont une haute élasticité : les chaînes macromoléculaires sont reliées par des molécules additionnelles, leur rigidité s'en trouve limitée, d'où un comportement caoutchoutique existant dans un domaine important de température. Ils peuvent être de nature thermodurcissable (réticulation chimique) ou de nature thermoplastique (réticulation physique par cristallites ou domaine à haute température de transition vitreuse) [7].

La mise en forme des objets élastomères se déroule en deux temps : d'abord, ils sont moulés dans l'état thermoplastique du polymère, puis la vulcanisation (ou réticulation) est déclenchée par augmentation de la température ou par irradiation (rayons ionisants ou rayons γ) [6].

IV.3 Caractère viscoélastique des polymères

Les polymères thermoplastiques sont caractérisés par l'existence d'une température de transition vitreuse (réversible). Ces polymères sont généralement mis en forme à partir de l'état fondu et sont susceptibles d'être recyclés assez aisément.

➤ Température de transition vitreuse

La température de transition vitreuse, caractéristique des phases amorphes, marque la transition entre l'état vitreux, état figé hors d'équilibre thermodynamique, et l'état caoutchoutique (vers un comportement fluide). Du fait de l'aspect cinétique qu'elle revêt, la température de transition vitreuse ne se définit pas "thermodynamiquement" de façon univoque [10].

La flexibilité des chaînes, la taille et la polarisabilité des groupes latéraux, la masse molaire ou encore l'humidité sont des paramètres qui affectent la détermination de la température de transition vitreuse ("glass transition", Tg).

Quatre régions peuvent être distinguées au cours de l'étude des propriétés viscoélastiques d'un polymère en fonction de la température (Figure 6) :

1) La première région correspond à l'état vitreux solide. Le module d'élasticité est de l'ordre de $3 \cdot 10^9$ Pa, indépendamment de la nature chimique du polymère. Les mouvements portent sur des distances très courtes et se limitent à la vibration, éventuellement à la rotation d'éléments locaux de la chaîne.

2) La deuxième région est celle de la transition vitreuse (on définit souvent une température de transition vitreuse Tg alors qu'il s'agit d'une plage). Le module d'élasticité

décroît d'un facteur de 10^3 pour une variation de 10 à 30°C selon les polymères. La région de la transition vitreuse peut être définie comme celle où des mouvements sur des longues distances apparaissent (« fusion » des zones amorphes).

3) **La troisième région** est celle du plateau caoutchouteux. Le polymère présente le comportement typique du caoutchouc. Le module d'élasticité prend des valeurs de l'ordre de $2 \cdot 10^6$ Pa et le plateau est d'autant plus étendu que les chaînes sont longues. Si le polymère est réticulé, le plateau peut s'étendre sur une grande plage de température.

4) **La quatrième région** est celle de l'écoulement après fusion. L'énergie fournie permet aux chaînes de serpenter au travers des enchevêtrements et de s'écouler [11].

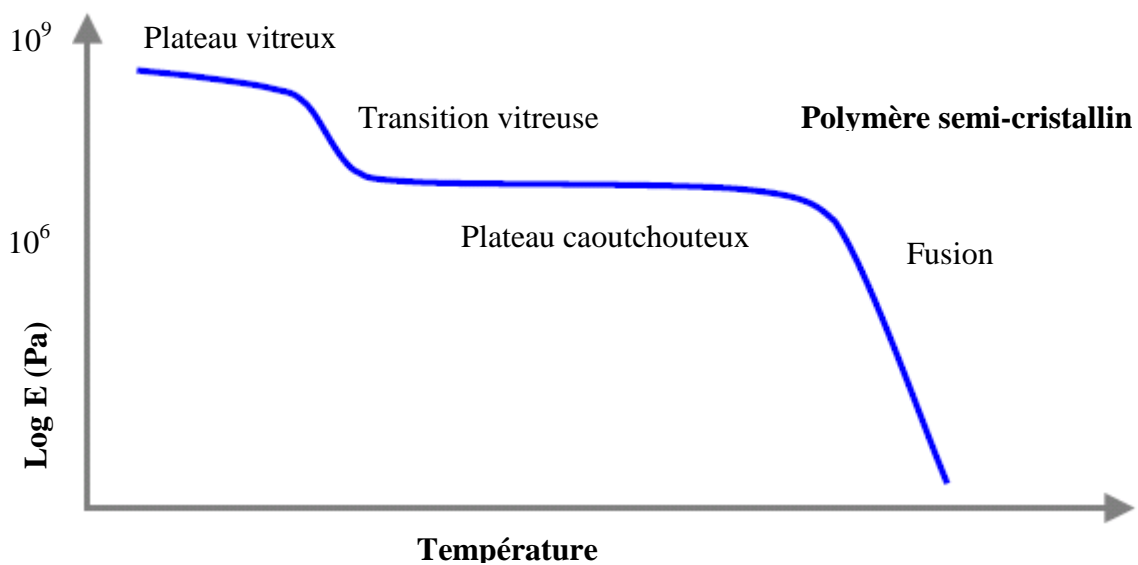


Figure 6. Variation du module de relaxation (E) en fonction de la température pour un polymère thermoplastique semi-cristallin

V. LE POLYETHYLENE TEREPHTALATE (PET)

V.1 Présentation du PET

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est un polymère de grande diffusion utilisé dans de nombreuses applications. Il est obtenu soit par estérification lente de l'acide téréphtalique (AT) et de l'éthylène glycol (EG) soit par transestérification catalysée entre le téréphtalate de diméthyle (DMT) et l'EG [12]. Le DMT doit être purifié au préalable par recristallisation afin d'obtenir par transestérification un PET de haute masse molaire ($>20\,000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$). Ce seuil de masse est indispensable pour que ce polymère ait les propriétés mécaniques optimales [13].

V.2 Synthèse du PET

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est un polyester linéaire dont l'unité de répétition est représentée sur la figure 7. La présence d'un groupement rigide dans le squelette de la chaîne a une importance capitale sur la cohésion du polymère. Sa structure chimique lui confère ainsi une grande rigidité.

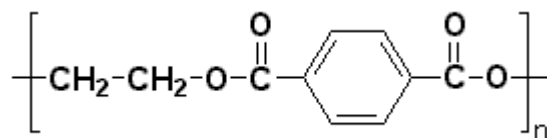


Figure 7. Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate

Le PET peut être produit par différentes voies de synthèse. Nous n'en décrivons que les principales utilisées dans l'industrie [14].

- L'estérification de l'acide téréphtalique et de l'éthylène glycol.
- La transestérification du diméthyle téréphtalate et de l'éthylène glycol.

Ces deux réactions se déroulent en deux étapes : la pré-polycondensation et la polycondensation. Mais la dernière voie de synthèse est la plus couramment utilisée car la purification du polymère est plus facile.

a) Estérification

La prépolycondensation de l'acide téréphtalique (TA) et de l'éthylène glycol (EG) ne nécessite pas la présence d'un catalyseur puisque les groupements acides carboxyliques du TA sont réactifs et catalytiques (Figure 8). La réaction se fait néanmoins à haute température (230-260°C) et sous vide (0,3-0,5 MPa) jusqu'à ce que le rapport [EG]/[TA] soit compris entre 1,3 et 1,5. L'eau et l'EG en excès sont alors éliminés à la fin de cette réaction qui dure entre 3 et 4h. La réaction ne nécessite pas l'utilisation d'un catalyseur métallique [15].

matériau est dur et donc sa viscosité augmente. Selon sa viscosité, le PET ne va pas être utilisé dans le même domaine. Le Tableau 2 représente les applications du PET en fonction de sa viscosité.

Tableau 2. Applications du PET en fonction de sa viscosité [16].

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

V.3.2 Cristallisation

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 [17]. Li [17] 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 [18].

V.3.3 Hygroscopie

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.

V.3.4 Dégradation

A des températures élevées (au dessus de la T_g), l'oxygène et l'humidité sont les principaux facteurs qui entraînent pour le PET la réduction de son poids moléculaire et la formation d'un plus grand nombre de groupements terminaux -OH et -COOH.

A l'état fondu, le PET subit des dégradations hydrolytiques ou thermiques [19].

V.3.4.1 Dégradation hydrolytique

La dégradation hydrolytique d'un polyester se produit par la scission de liaisons esters par les molécules d'eau, entraînant la formation de groupements carboxyles et hydroxyles. Les mécanismes généraux de la dégradation hydrolytique en milieu acide et basique des polyesters sont présentés en Figure 10.

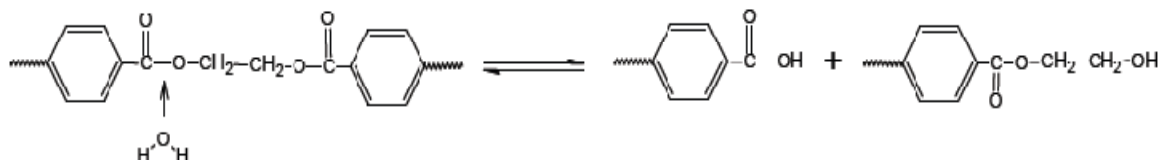


Figure 10. Dégradation hydrolytique du PET.

V.3.4.2 Dégradation thermique

Ce type de dégradation est très souvent étudié sous vide ou en atmosphère neutre mais jamais en milieu oxygéné. Il s'agit d'une scission de la chaîne macromoléculaire au niveau des fonctions esters, qui a pour conséquence de former des fins de chaînes vinylesters et acides carboxyliques

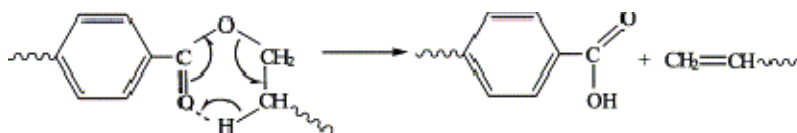


Figure 11. Dégradation thermique par rupture ionique [20].

V.3.4.3 Dégradation thermo-oxydative

La dégradation thermo-oxydative est un processus chimique en boucle fermée qui génère ses propres amorçeurs : les hydroperoxydes, formés au niveau des méthylènes et dont la décomposition se traduit par une scission de chaîne homolytique pouvant entraîner une accélération irréversible de la dégradation du matériau (Figure 12).

Ce processus chimique relativement complexe induit une modification de structure irréversible du matériau, et réduit fortement ses possibilités de mise en œuvre. Plusieurs auteurs [21-22-23] ont montré que la dégradation thermo-oxydative est la source principale de problèmes lors de la mise en œuvre du PET.

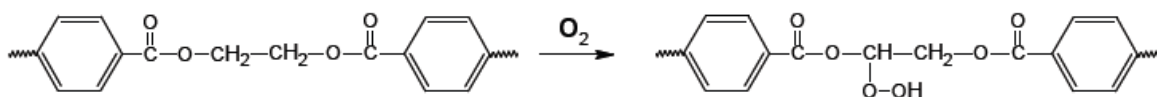


Figure 12. Dégradation thermo-oxydative du PET.

V.4 Recyclage et valorisation du PET

Les bouteilles en PET sont produites à partir de dérivés du pétrole. Au niveau mondial, la fabrication de bouteilles en PET requiert chaque année 2,7 millions de tonnes de ce polymère. La nécessité de recycler cette matière est devenue une priorité à cause du coût élevé de la matière première [13].

Par définition la valorisation est une opération conduisant à la réintroduction d'un déchet dans un circuit de production d'énergie, d'une nouvelle matière, d'un nouvel objet, mais également, de toute opération visant la réutilisation d'un produit fini considéré comme un déchet, dans une application pouvant être différente de celle d'origine.

V.4.1 Recyclage chimique

Il s'agit de tout processus chimique permettant la transformation d'un déchet en des produits chimiques utilisables comme intermédiaires réactionnels dans l'industrie chimique ou l'industrie de la transformation des matières plastiques. En fait, les macromolécules du polymère sont partiellement ou totalement dégradées en vue de revenir aux monomères de départ ou de produire des macromolécules de tailles plus réduites dont les propriétés et les applications sont sensiblement différentes de celles des polymères de base [24].

V.4.2 Valorisation énergétique

Le PET étant produit uniquement à partir de gaz naturel ou de pétrole, sa combustion complète (800 – 1000°C) a pour effet de produire de l'oxygène, de l'eau et du dioxyde de carbone. L'incinération de matières plastiques permet de produire de la chaleur qui est ensuite transformée en énergie électrique ou en vapeur. Le pouvoir calorifique inférieur (PCI) du PET varie entre 13 MJ/Kg (déchets d'emballage) et 45 MJ/Kg (matériau pur), contre 44 MJ/Kg pour le fuel et 29 MJ/Kg pour le charbon [15].

V.4.3 Recyclage physique (mécanique)

La valorisation des plastiques par voie fondue est une méthode simple, peu dommageable pour l'environnement et demandant peu d'investissements par rapport au recyclage par chemolyse. L'inconvénient majeur du recyclage mécanique est la présence d'eau et de contaminants dans le matériau pendant la mise en œuvre, qui engendre ou catalyse les réactions de dégradation responsables de la diminution de masse molaire de la résine recyclée [15].

Les scissions de chaînes sont responsables de la diminution de viscosité du matériau et donc de :

- La perte de ses propriétés mécaniques (tableau 3).
- Du jaunissement de la résine et parfois même du blocage de l'extrudeuse dû à l'oxydation en température des chaînes dans certaines conditions de mise en œuvre.

Tableau 3. Propriétés mécaniques d'échantillons de PET vierge et recyclé obtenues par injection [25-26].

Propriétés	PET vierge	PET recyclé
Masse molaire (kg/mol)	80 - 28,5	81,6 - 33,4
Module d'Young (MPa)	2140 - 1610	3000 - 1430
Contrainte à la rupture (MPa)	50 - 47	30 - 24
Allongement à la rupture (%)	40 - 3,2	270 - 57
Force à l'impact (J/m)	90 - 12	20 - 15

Le schéma suivant représente les trois méthodes de valorisation des matières plastiques citées précédemment.

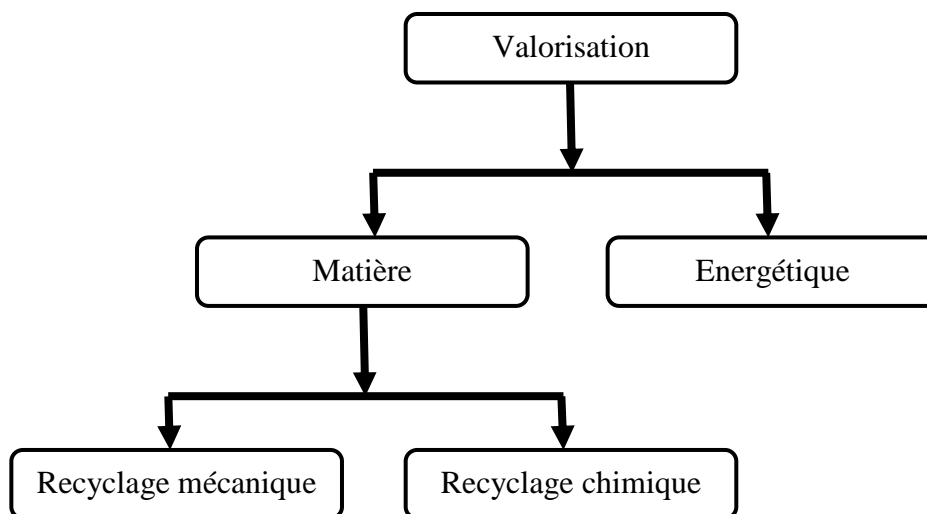


Figure 13. Schéma de principe de la valorisation

V.5 Contaminants du PET recyclé

Malheureusement cette valorisation a ses limites car le matériau concerné (PET) ne peut être indéfiniment recyclé à cause de sa dégradation accélérée par la présence de contaminants. Il perd progressivement ses propriétés physiques et chimiques, donc réduire au minimum la quantité de ces contaminants mène à améliorer la qualité du PET recyclé. En effet le PET recyclé est contaminé avec divers substances comme des acides, l'eau, l'acétaldéhyde...etc.

V.5.1 Effets des acides

Les acides agissent en tant que catalyseurs pour les réactions de scission de chaînes pendant le procédé de traitement des déchets de PET (dégradation hydrolytique de la fonction ester du PET lors de sa mise en œuvre) [13]. Ces acides sont à l'origine de la dégradation de certains composés.

➤ Cas de chlorure de polyvinyle (PVC)

La dégradation du PVC (Figure 11) permet la formation de l'acide chlorhydrique selon le mécanisme suivant :



Figure 14. La source de l'acide chlorhydrique HCl

Paci et Lamantia [27] ont étudié l'influence d'une petite quantité de PVC sur le procédé de dépolymérisation de déchets du PET. Ils ont signalé que la présence de 100 ppm de PVC augmente la scission de chaînes du PET. Ceci est dû à l'effet catalytique du chlorure d'hydrogène (HCl) formé pendant la dégradation du PVC. D'après Pawlak et al [28], le taux de PVC présent dans le PET ne doit pas dépasser 50 ppm pour avoir une dégradation hydrolytique négligeable. Torres [29] a étudié les propriétés mécaniques d'un PET recyclé contenant 6000 ppm de PVC et un autre contenant 20 ppm. Les résultats, présentés dans le tableau 4 montrent une diminution de la résistance au choc et de l'élongation à la rupture pour le PET contenant 6000 ppm de PVC. La présence de PVC augmente aussi le taux d'oligomères cycliques lors de la mise en œuvre du PET.

Tableau 4. Propriétés mécaniques d'un PET recyclé en fonction du taux de PVC dans la matrice [29].

	Masse molaire initiale	Masse molaire Injection	Module d'Young (MPa)	Elongation à la rupture (%)
PET vierge	44 000	42 200	2140 (±206)	270 (±57)
PET contenant 20 ppm de PVC	44 900	37 900	2170 (±184)	5,4 (±0,6)
PET contenant 6000 ppm de PVC	47 600	31 300	1996 (±210)	3,0 (±0,4)

V.5.2 L'acétaldéhyde

L'acétaldéhyde est l'un des principaux produits de la dégradation du PET. Il est formé par tautomérisation d'alcool vinylique, lui-même obtenu lors de la recombinaison de l'ester vinylique en bout de chaîne (Figure 15).

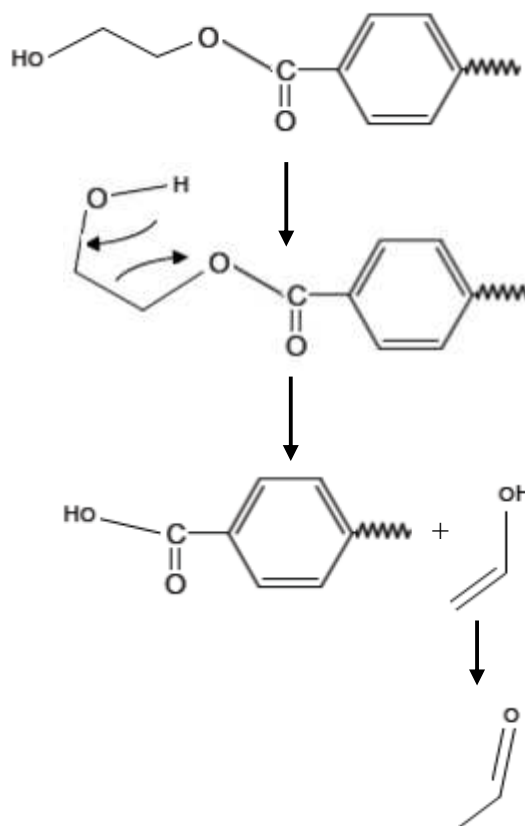


Figure 15. Mécanisme de formation de l'acétaldéhyde.

V.5.3 L'eau

La présence de l'eau dans la matrice PET lors de sa mise en œuvre peut causer des dégradations hydrolytiques très importantes. Le taux d'humidité présent dans la résine PET avant sa transformation à chaud doit être donc minimal [13].

Il est donc indispensable de sécher efficacement le PET avant son utilisation afin d'obtenir un taux résiduel d'eau limité dans la résine.

V.6 Propriétés nécessaires au PET recyclé

Le recyclage mécanique est quant à lui plus limité, parce que la dégradation du polymère pendant la mise en forme n'est pas encore maîtrisée. Le tableau 5 précise les propriétés nécessaires au PET recyclé pour être transformé.

Tableau 5. Minimum requis pour la transformation à l'état fondu de paillettes de PET recyclé [30].

Propriétés	Valeurs
Viscosité intrinsèque	> 0,7 dl/g
Température de fusion	>240°C
Taux d'humidité	<0,02 % en poids
Taille des paillettes	0,4 < D < 8 mm
Quantité de colorants	<10 ppm
Indice de jaunissement	<20
Quantité de métaux	<3 ppm
Quantité de PVC	<50 ppm
Quantité de polyoléfines	<10 ppm

VI.1 DOMAINES D'APPLICATIONS DU PET

Le PET se retrouve dans trois domaines d'application principaux : les fibres, les films, 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 (tableau 6).

Tableau 6. Viscosité intrinsèque du PET en fonction de son application [14].

PET		$[\eta]$ (dL/g)
Fibres	• Textiles	0,40 – 0,70
	• Techniques	0,72 – 0,98
Films	• Bi-orientés	0,60 – 0,70
	• Pour thermoformage	0,70 – 1,0
Bouteilles	• Pour eau	0,70 – 0,78
	• Pour boissons gazeuses	0,78 – 0,85

VI.1 Concept de Fibre

D'une manière générale, le terme fibre désigne ici des matériaux se présentant sous forme de filaments ou brins larges et fins. Les fibres sont généralement constituées de filaments ayant un diamètre compris entre quelques μm et quelques dizaines de μm . Ils possèdent des valeurs du rapport longueur/diamètre supérieurs à 100 pouvant atteindre des valeurs pratiquement infinies dans le cas de fibres continues. Dans le cas d'une fibre monofilament, le diamètre peut être de l'ordre du mm [2].

VI.2 Structure semi-cristalline des fibres synthétiques

Comme on l'a souligné précédemment, tous les polymères ne se prêtent pas à la cristallisation : seules les chaînes caractérisées par une structure régulière et symétrique ou celles porteuses de groupes capables d'interactions moléculaires fortes (liaison hydrogène) sont susceptibles à former des zones cristallines.

Dans un polymère semi-cristallin, les cristallites voisinent des régions amorphes non cristallisées. La proportion volumique de ces lamelles cristallines définit le taux de cristallinité du matériau. Il est influencé par la structure moléculaire du polymère mais également par les traitements thermiques qu'il a subit. Les macromolécules situées dans les zones dites amorphes, relativement peu liées entre elles, vont avoir tendance à retrouver une structure pelotonnée, thermodynamiquement stable sous l'action de la chaleur (retrait thermique).

Les zones amorphes sont caractérisées par la température de transition vitreuse (T_g) et les zones cristallines par la température de fusion (T_f).

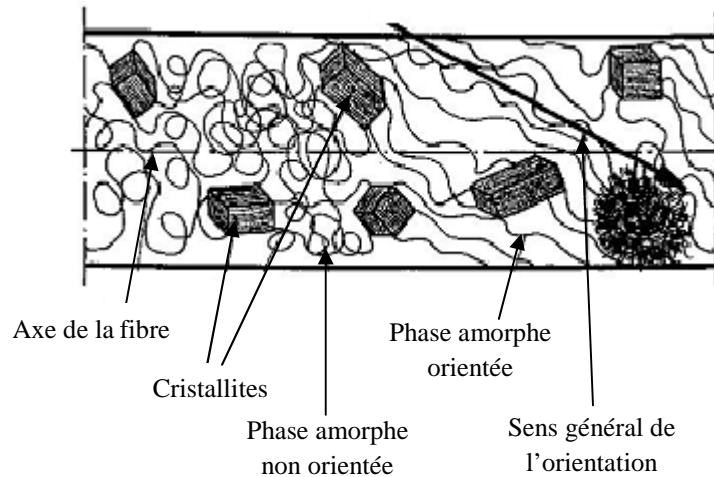


Figure 16. Structure semi-cristalline d'une fibre [31].

VI.3 Propriétés et applications de la fibre PET

Plus communément le PET, appelé polyester dans le secteur textile, est une des fibres chimiques les plus répandues dans l'industrie. Elle est utilisée seule ou en mélange avec d'autres fibres en raison de ses propriétés dont les principales sont la ténacité, la résistance à l'abrasion et au froissement et la résistance à la plupart des produits chimiques.

Pour les produits doux, la résilience et le séchage rapide du polyester en font une fibre idéale pour des produits épais et gonflants. Ainsi, est-il souvent utilisé dans les tissus matelassés, couettes, en filtration et ameublement [32].

➤ Propriétés chimiques

- Les polyesters ont une très bonne résistance aux acides minéraux faibles, même à leurs températures d'ébullition, et à la plupart des acides forts à température ambiante. Mais l'acide sulfurique et l'acide nitrique concentrés à chaud dissolvent ou détruisent les fibres PET.
- Sous l'action d'une solution alcaline concentrée à chaud, la fibre de polyester subit une hydrolyse partielle.
- L'ammoniaque et d'autres bases organiques telle que, la méthyle amine, pénètrent dans la structure, initialement dans les zones amorphes provoquant une dégradation des liaisons ester et une perte de propriétés physiques.
- Les polyesters ont une résistance excellente aux agents oxydants, tels que les agents blanchissants conventionnels pour le textile, et résistent aux solvants nettoyants et aux tensioactifs.

- Le PET est insoluble dans la plupart des solvants organiques. Seuls les dérivés aromatiques chlorés et nitrés à point d'ébullition élevée, les phénols et la N-méthylpyrrolidone ont le pouvoir de dissoudre les fibres de polyester sous l'effet de la chaleur.

- Etant donnée sa structure chimique, le PET est à la fois hydrophobe et oléophile. Le caractère hydrophobe lui confère une capacité de séchage rapide. En revanche, du fait de son oléophilie, les tâches d'huile et de graisse restent difficiles à enlever.

- Dans les conditions normales (65 % d'humidité relative et 21° C), les fibres de polyester ont une faible hygroscopicité (taux de reprise de 0,4 %) [32].

CHAPITRE II

DESCRIPTION DU PROCÉDE DE TRANSFORMATION DU PET EN FIBRES DE POLYESTER

L'objet de ce chapitre est de décrire le procédé et les différentes étapes de transformation du PET au sein de l'unité RET PLAST qui assure la valorisation des bouteilles en PET collectées en fibres de polyester.

I. DIAGRAMME DE VALORISATION DU PET

Le diagramme suivant représente les différentes étapes de procédé de transformation de PET en fibres de polyester.

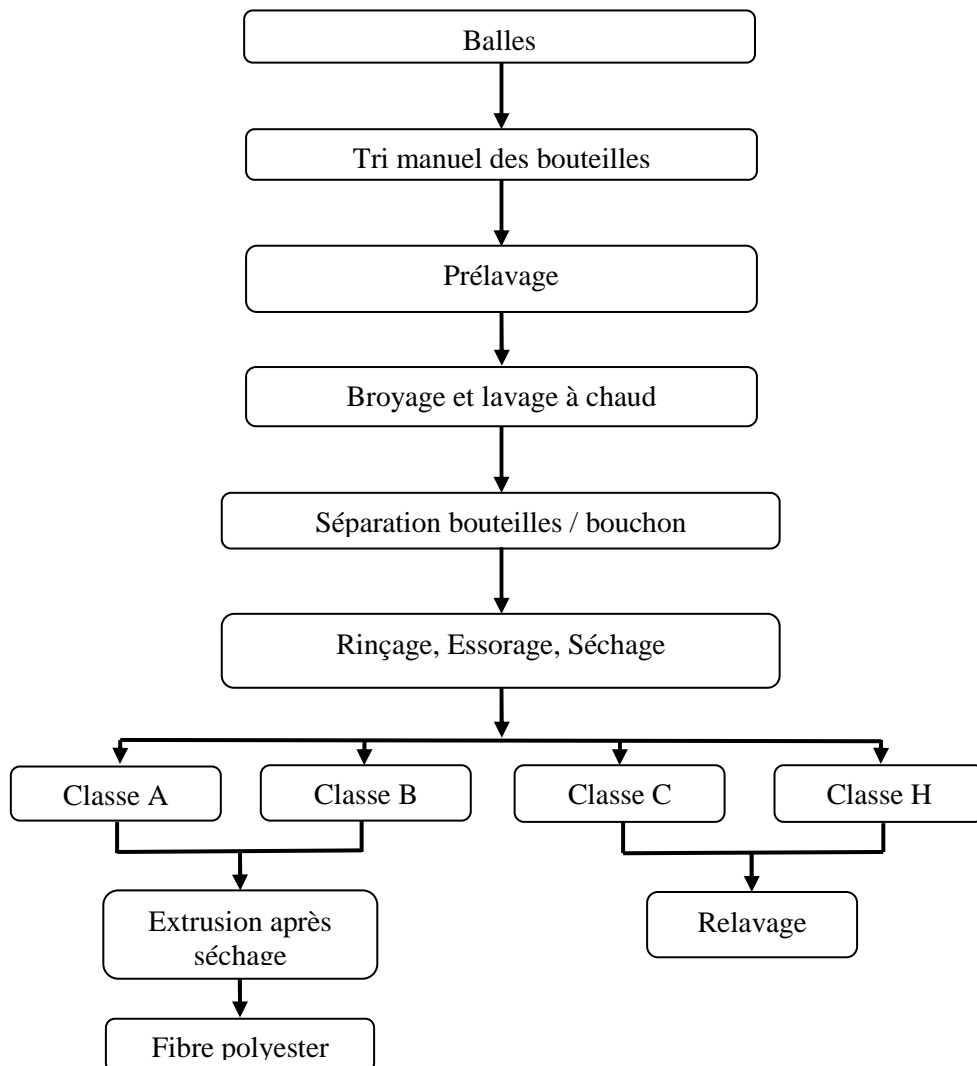


Figure 17. Diagramme de valorisation du PET.

II. PREPARATION DES PAILLETES DU PET

II.1 Collecte

Les bouteilles en plastique sont collectées de plusieurs endroits. Elles peuvent provenir des centres de collecte sélective, des chutes de production dans les industries et de points d'apports volontaires. Ces bouteilles en plastique sont rassemblées sous forme d'un grand cube compacté (balles).

A l'unité RET PLAST, les bouteilles sont fournies par : Décharge de Blida, Société IFRI, Etablissement BOUKHEZZAR de Constantine, Etablissements DAFRI et BOUKARI de ANNABA.



Figure 18. Stock de balles des bouteilles PET collectées.

II.2 Déballage (ouverture des balles) et déchetage

Les bouteilles compactées sous forme des balles sont dissociées dans un déchiqueteur à vis ou dans un tambour de déballage. Lorsque les déchets sont de taille importante (grosses bouteilles), ils sont déchiquetés par des cisailles rotatives pourvues de lames tranchantes, de dents ou de pointes. Ces équipements de forte puissance travaillent généralement avec de faibles vitesses de rotation. Le déchiquetage est appelé souvent aussi prébroyage.

II.3 Tri manuel des bouteilles

Etape clé dans une stratégie de recyclage du PET, la purification par tri dépend étroitement de la typologie du déchet rencontré et des impuretés et corps étrangers présents dans le flux de déchets. Cette étape s'opère avant le broyage, le tri s'effectue d'une manière manuelle, les impuretés rencontrées sont généralement : PVC, PEHD, les bouteilles huilées, les métaux, PET coloré, le papier...etc.

II.4 Prélavage des bouteilles

Cette étape permet le nettoyage des bouteilles, en éliminant les souillures internes et externes (restes de liquide alimentaire, de détergent, de pollutions diverses, organiques et minérales...etc.).

II.5 Broyage

Au cours de cette opération, le déchet va subir une réduction de taille (écailles) lui permettant d'accepter les traitements ultérieurs dans de bonnes conditions. Les broyeurs les plus couramment rencontrés sont les broyeurs à couteaux. Plusieurs lames sont fixées sur un rotor.

II.6 Prélavage par friction

Le broyé (paillettes), issu de l'étape précédente, subit un lavage avec une eau. Ainsi, un système de friction à l'aide d'une brosse assure une élimination importante des impuretés non dégagées lors du lavage.

II.7 Première séparation par densité (flottation)

C'est une étape importante puisqu'elle sépare les paillettes du PET et d'autres impuretés par différence de densité. Par exemple, les bouteilles en PET d'eau ou de soda et les bouchons sont en PEHD ou PP (polyoléfines). Le PET et les polyoléfines doivent être séparés car ils sont de nature chimique différente, la présence de polyoléfines dans les paillettes du PET perturbe le procédé de recyclage, entraînant des défauts de qualité des déchets à traiter et voir même l'impossibilité de production des produits finis. RET PLAST possède un système de séparation qui se déroule dans un bassin d'eau, doté d'un racleur pour faire débarrasser les impuretés.

➤ **Densités de quelques impuretés :**

- La densité de l'eau est de 1 gramme par cm^3 (soit un kilo par litre d'eau).
- La densité du PET est de 1.34 g/cm^3 : il est « plus lourd » que l'eau.
- Les polyoléfines sont elles, « plus légères », car de densité inférieure à 1 g/cm^3 .

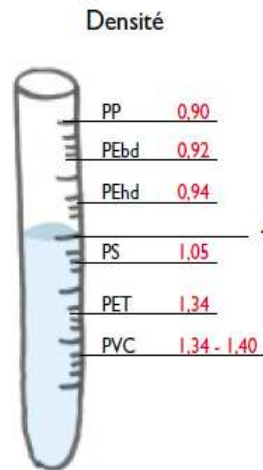


Figure 19. Densité de quelques impuretés qui perturbent le recyclage du PET [33].

II.8 Lavage

Cette étape est cruciale de procédé. Le lavage s'effectue dans une cuve pleine d'eau chaude contenant de la soude ou un détergent (Tubiwash). Cette cuve (figure 20) est dotée d'un système d'agitation (vice) qui aide à débarrasser une portion importante des souillures, donc cette étape agit sur le degré de propreté des écailles.

Noter que, lors du lavage, les facteurs température de l'eau, concentration de la soude et temps de séjour des paillètes dans la cuve influent sur la qualité des écailles. Donc, cette opération nécessite des conditions opératoires bien définies.



Figure 20. Cuve de lavage.

II.9 Deuxième séparation par flottation

Cette étape a le même principe que la première séparation, le but est d'assurer une bonne séparation et d'éliminer presque toutes les impuretés qui subsistent lors de la première séparation.

II.10 Rinçage

Ce rinçage s'effectue dans un grand bassin contenant une eau propre et un système de malaxage. L'objectif de cette opération est d'éliminer toutes traces d'impuretés restantes.

II.11 Essorage, tamisage et séchage

Le séchage, couplé à l'étape d'essorage, est le plus souvent pratiqué en flux d'air chaud produit par des résistances électriques. Les particules essorées sont agitées mécaniquement par brassage et exposées à un air chaud dont la température est réglée en fonction de la nature du polymère traité et de la forme géométrique des particules. Le but du tamisage est d'avoir des écailles de même taille (paillètes homogènes).

III. PRODUIT OBTENU APRES LE PROCEDE BROYAGE - LAVAGE

A la fin du procédé broyage-lavage, on obtient des paillètes homogènes (même taille de 8 à 16 mm), sèches, propres et dépourvues de toutes impuretés. Ces paillètes sont considérées comme une matière première pour la production de la fibre de polyester.

Le procédé du lavage rencontre plusieurs contraintes qui empêchent d'avoir un produit (paillètes) idéal, ce qui permet de classer le produit obtenu (A, B, C et H). La figure ci-dessous montre les deux types de classes A et H.



Classe A



Classe H

Figure 21. Paillètes de classe A et H.

III.1 Quelques paramètres influençant la qualité de produit obtenu

- Le degré d'encrassement est important (bouteilles collectées trop sales)
- Le type d'eau utilisée lors du lavage. Sachant que l'unité RET PLAST est dépourvue des sources d'eau propre, d'où la nécessité de penser à épurer l'eau utilisée (recyclage).
- Système de tri.
- Respect des recommandations du lavage lors de recyclage (température d'eau, concentration de la soude et le temps de séjour dans la cuve).

III.2 Critères de classification

La classification des paillètes est basée sur la présence ou l'absence d'impuretés et le degré de traitement.

- Taux des paillètes huilées.
- Taux de PVC.
- Taux de PE.
- Taux de papier.
- Taux des paillètes colorées.
- Taux des métaux.
- Degré d'encrassement.

Les différents taux d'impuretés spécifiques pour chaque type de classe (A, B, C et H) sont résumés respectivement dans les tableaux 7, 8, 9 et 10. Les résultats ont été obtenus à base des échantillons d'écailles en PET réalisés au niveau de l'unité RET PLAST, pour plus de détails le chapitre III présente un exemple de calcul de différents taux d'impuretés.

Tableau 7. Critère de classification de la classe A.

Classe A (bonne qualité)		
Paramètres	Résultats	Recommandations
Taux des paillètes huilées	0-0,1%	1%
Taux de PVC	0,005% ou traces	0,005% - 0,01%
Taux de PE.	absence	0,01% - 0,05%
Taux de papier	absence	0,01% - 0,05%
Taux des paillètes colorées.	absence	/
Taux des métaux	absence	0,0005% (traces)
Couleur	Bleue / blanche ou bleu blanche	Bleue / blanche
Degré de traitement	Bien lavé	propre

Tableau 8. Critère de classification de la classe B.

Classe B (moyen)		
Paramètres	Résultats	Recommandations
Taux des paillètes huilées	0,1%	1%
Taux de PVC	0,005% ou traces	0,005% - 0,01%
Taux de PE.	traces	0,01% - 0,05%
Taux de papier	0 %	0,01% - 0,05%
Taux des paillètes colorées.	0,02 %	/
Taux des métaux	absence	0,0005% (traces)
Couleur	Bleue / blanche ou bleu blanche	Bleue / blanche
Degré de traitement	propre	propre

Tableau 9. Critère de classification de la classe C.

Classe C (mauvaise qualité)		
Paramètres	Résultats	Recommandations
Taux des paillètes huilées	0,05-0,1%	1%
Taux de PVC	0,005%	0,005% - 0,01%
Taux de PE.	0,05%	0,01% - 0,05%
Taux de papier	0,05%	0,01% - 0,05%
Taux des paillètes colorées.	0,5%	/
Taux des métaux	absence	0,0005% (traces)
Couleur	Bleue / blanche ou bleu blanche	Bleue / blanche
Degré de traitement	Mal lavé	propre

Tableau 10. Critère de classification de la classe H.

Classe H (à relaver)		
Paramètres	Résultats	Recommandations
Taux des paillètes huilées	0-0,1%	1%
Taux de PVC	> 0,01%	0,005% - 0,01%
Taux de PE.	> 0,05%	0,01% - 0,05%
Taux de papier	> 0,05%	0,01% - 0,05%
Taux des paillètes colorées.	présence	/
Taux des métaux	> 0,005%	0,0005% (traces)
Couleur	Bleue / blanche ou bleu blanche	Bleue / blanche
Degré de traitement	À relaver	propre

III.3 Echelle de classification

A base des différents taux d'impuretés et le degré de traitement cités précédemment, on a opté à une échelle de classification montrée dans le tableau 11.

Tableau 11. Echelle de classification des écailles.

Type de classe	Taux de traitement
Classe A	96 - 100%
Classe B	85 - 96%
Classe C	60 - 85%
Classe H	50 - 60%

IV. TRANSFORMATION DES PAILLETES DU PET EN FIBRES DE POLYESTER

Après avoir classé les paillètes, les classes qui représentent un bon produit (A et B) vont subir une transformation en fibres de polyester, le processus de transformation passe par plusieurs étapes :

IV.1 Déshumidification (séchage)

Les effets de l'humidité de l'air sur le PET sont connus. Ainsi, il est nécessaire de travailler avec des taux d'humidité inférieurs à 50 ppm pour tout procédé de mise en œuvre du PET. Si le matériau contient un taux supérieur, des phénomènes nuisibles apparaissent pendant la mise en œuvre telle qu'une diminution de la masse molaire entraînant une

augmentation de la vitesse de cristallisation [34]. Pour cette raison, les écailles en PET doivent être séchées avant extrusion afin que le taux d'humidité soit inférieur ou égal à 0,005 % en masse. Le séchage des écailles en PET s'effectue dans une enceinte appelée tank (figure 22) à une température de 130°C-150°C. L'opération s'effectue sous vide (pression-0,08MP) et le temps de séjour dans le sécheur est de 6 à 8 h.

Le tank est une citerne dotée d'un système d'agitation, chauffage et aspiration de la vapeur qui favorise des bonnes conditions de chauffage et de cristallisation des écailles, il a une capacité de 1 tonne et demi.

RET PLAST possède 6 tanks, 5 travaillent d'une façon permanente et l'autre est utile en cas de panne, la figure 22 montre un tank de l'unité de RET PLAST.



Figure 22. Tank où se déroule le séchage.

IV.2 Extrusion (extrudeuse mono vis)

L'extrusion monovis est un mode de mise en œuvre permettant de travailler sur le matériau à l'état fondu. L'appareil est constitué d'une vis sans fin qui tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique régulé en température de 260°C (figure 23). Le polymère (PET) à l'état solide (paillettes) issu de séchage est introduit par l'intermédiaire d'une trémie. Le système de l'extrudeuse monovis se divise habituellement en trois zones: l'alimentation, la compression et le pompage. La zone d'alimentation permet la plastification du polymère. Ensuite, le matériau va être comprimé dans la deuxième zone. Cette étape assure un dégazage adéquat du fondu. Enfin, le polymère est homogénéisé dans la zone de pompage. La sortie de l'extrudeuse (filière) donnera la forme finale à l'extrudé.

La vitesse de rotation des vis et le profil de température sont des paramètres très importants pour les matériaux extrudés [35].

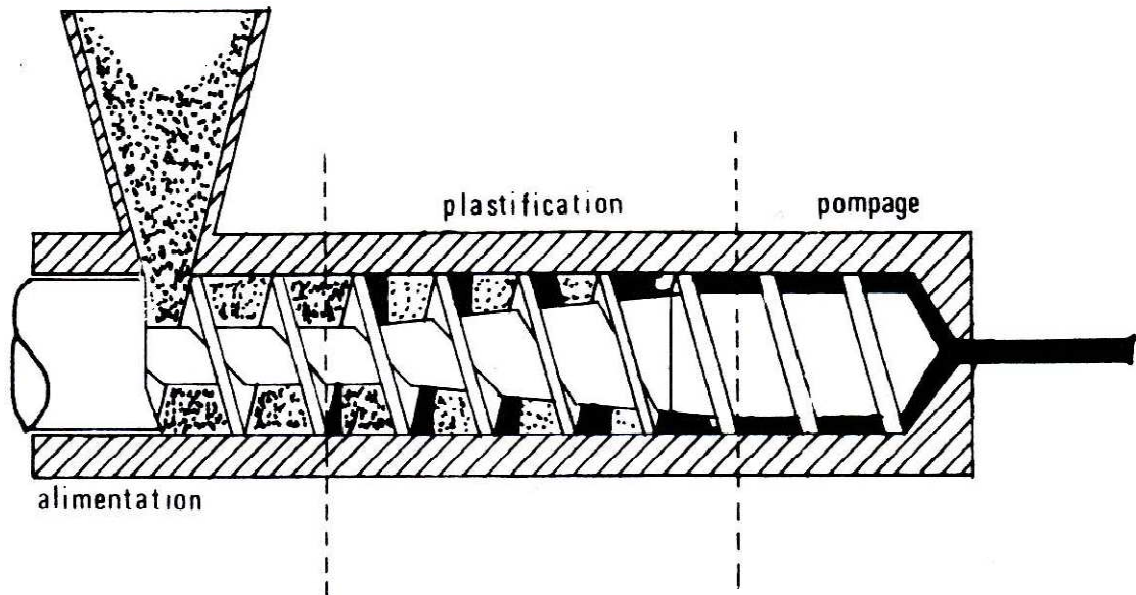


Figure 23. Schéma de principe d'une extrudeuse monovis.

IV.2.1 Facteurs influençant l'extrusion et la qualité du produit fini (fibre de polyester)

- La température de fusion.
- La température d'injection.
- Caractère rhéologique du PET fondu (viscosité pour la fibre PET est entre 0,40 - 0,70 dl/g).
- Débit du PET fondu.
- Filtration (homogénéisation) : état des tamis.
- Présence d'impuretés.
- Taux d'humidité.

IV.3 Filage

Le filage se fait par fusion. Le polymère fondu va préalablement passer à travers différents filtres qui ont pour but d'éliminer toutes les impuretés du polymère (figure 24). Il est ensuite envoyé sous pression sur une plaque filière en inox qui comporte de 500 à plusieurs milliers d'orifices calibrés. Chacun d'entre eux est distant de ses voisins de quelques

millimètres pour éviter les collages brins à brins lorsque le polymère n'est pas encore refroidi en surface.

IV.4 Refroidissement sous filière

La solidification des filaments individuels est obtenue à l'aide d'une véritable trempée thermique, qui doit assurer une chute rapide de la température des filaments d'une amplitude de 200 °C environ, entre le point de sortie de l'orifice de la filière (260 °C environ) et 80 °C (transition vitreuse T_g) sur une longueur de l'ordre du mètre, avant le point de convergence des filaments individuels en un fil qui sera enroulé dans des futs spéciaux.

Ce refroidissement est assuré par une puissante soufflerie qui dirige un courant d'air à une température d'environ 20 °C selon une direction transversale par rapport au chemin de filage (c'est-à-dire horizontale).

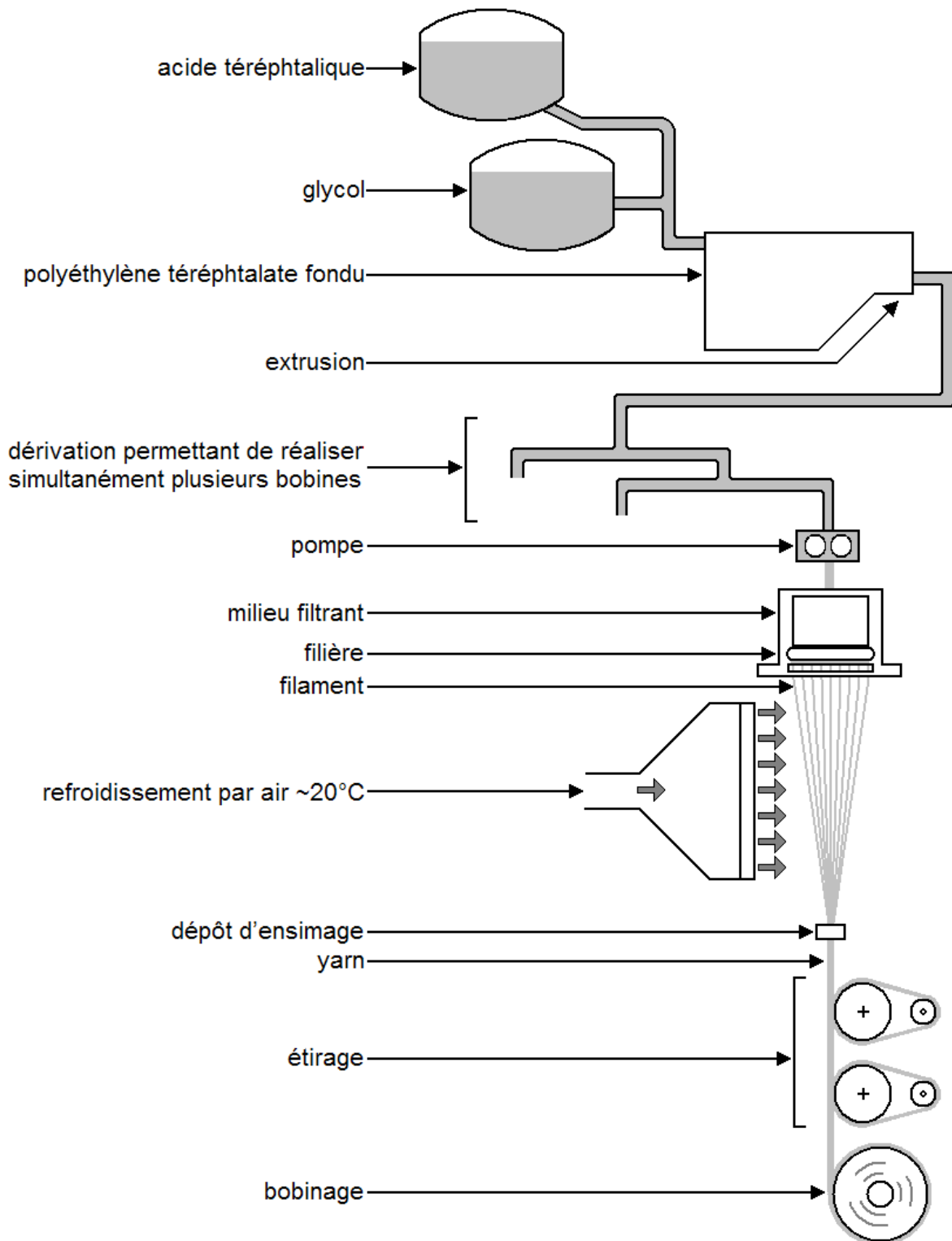


Figure 24. Processus de fabrication des fibres synthétiques (exemple du filage) à l'état fondu du polyéthylène téréphtalate.

IV.5 L'ensimage textile

L'ensimage textile est une opération qui permet de protéger les fils et fibres textiles qui sont soumis durant toute leur élaboration et leur transformation à de multiples contraintes thermiques et / ou mécaniques. Il consiste à déposer à la surface des fibres un produit complexe dont la fonction est triple :

- Antistaticité.
- Lubrification.
- Cohésion inter-brins.

A ces fonctions, il faut ajouter 3 exigences supplémentaires :

- Répartition parfaite, c'est-à-dire formation d'un film continu et uniforme sur chaque brin.
- Eliminabilité totale par lavage à l'eau additionnée de détergent.
- Biodégradabilité.

IV.6 Etirage

Les opérations successives d'étirages orientent favorablement les microstructures et confèrent des propriétés mécaniques utiles aux polymères. Le procédé implique le passage des fibres autour d'une série de bobines avec des vitesses de plus en plus élevées pour atteindre un certain degré de déformation (taux d'étirage). Même si les fibres de polyester peuvent être étirées à la température ambiante, pour obtenir une fabrication homogène des fibres, il est nécessaire de les étirer à une température supérieure à la température de transition vitreuse. Usuellement, la température d'étirage se situe dans la gamme de 90 à 100°C. Celle-ci est déterminée précisément en utilisant soit un manchon chauffant entre les bobines, soit une bobine chauffée.

IV.7 Frisage, séchage et coupe

Pour pouvoir limiter l'aspect des fibres, une augmentation de « voluminosité » est nécessaire. L'opération s'appelle le frisage ou la texturation. Celle-ci consiste à comprimer à chaud le câble pour fibres dans une « boîte friseuse ». Pour occuper tout le volume disponible, les brins se replient sur eux-mêmes, cette ondulation est fixée thermiquement. Le câble continu « frisé » est ensuite séché et coupé pour produire la fibre constituée de brins de quelques centimètres de long, La longueur des brins est ajustée selon l'utilisation finale de la fibre.



Figure 25. Fibre pleine de frisures synthétisée à partir du PET.

IV.8 Mise en balle

Les fibres de polyester synthétisées durant ce procédé vont être mises en balles pour minimiser leurs volume et d'être vendues pour des industries de textiles.



Figure 26. PET recyclé de fibres discontinues de polyester.

V. PARAMETRES DE QUALITE DE LA FIBRE DE POLYESTER SYNTHETISEE AU NIVEAU DE RET PLAST

Tableau 12. Paramètres de qualité de la fibre de polyester.

Paramètre de qualité	Unité	Recommandation
Couleur	-	Blanche
Ténacité	cN/dtex	4 – 6
Compacité	Nombre de fraises /1cm	5 fraises /1cm
Taux d'allongement	%	60 – 75
Force de rupture	cN	22 – 25
Titre	Denier	6
Longueur	mm	45 – 55

- **Denier** : Unité servant à exprimer la finesse des fils et fibres textiles : c'est la masse exprimée en grammes d'une longueur de 9000 m de fils ou de fibres [2].
- **Tex** : Unité de masse linéique couramment utilisée dans l'industrie des textiles et des câbles, (1 tex est équivalent à 1000 m de fils ou fibre avec 1 masse de 1 g) ou aussi à l'aide du sous- multiple le décitex (ditex).La valeur de tex des câbles est notamment utilisée comme grandeur de normalisation [36].
- **Taux d'allongement** : correspond à l'allongement de fil mesuré lors de sa rupture sur un dynamomètre. Il s'exprime en pourcentage [36].

CHAPITRE III

DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX DE LA TRANSFORMATION DES BOUTEILLES DU PET EN FIBRES

Ce chapitre consiste à étudier les paramètres d'optimisation de transformation des bouteilles du PET collectées en fibres de polyester au sein de l'unité RET PLAST. A cet effet, nous avons opté pour un ensemble d'analyses.

Le procédé de fabrication se déroule en deux étapes : broyage-Lavage des bouteilles et transformation du produit obtenu (écailles) en fibres de polyesters. Donc, on a procédé à l'analyse de quelques paramètres pour optimiser la valorisation.

I. BROYAGE ET LAVAGE

Avant la fabrication de la fibre polyester, les bouteilles subissent un ensemble de transformations (procédé) jusqu'à l'obtention des paillètes du PET de petites dimensions bien lavées (propres), dépourvues de toutes impuretés (les impuretés citées dans le chapitre précédent). La qualité des paillètes résultantes nous permet de classer le produit obtenu (chapitre 2).

I.1 Méthode de classification des paillètes

La prise d'échantillons s'effectue à la fin du procédé de broyage-lavage. On prend une quantité de 100 g des paillètes bien mélangées à partir d'un lot (big-bag), puis on détermine la quantité d'impuretés présentes après étuvage (200°C) à l'aide d'une balance analytique afin de classer le produit (A, B, C et H) :

Classe A : produit excellent (pas impuretés) et propre.

Classe B : bon produit mais contient quelques impuretés et souillures.

Classe C : produit moyen (relevage).

Classe H : mauvais produit (relevage).

I.1.1 But du l'étuvage

C'est d'éliminer toutes traces d'eau issues du lavage et faire apparaître tous les contaminants (paillètes huilées, colorées, PVC...etc). Exemple: le PVC devient noir au début de sa fusion (180°C).

I.1.2 Résultats

PVC : écailles noires.

Écailles huileuses : écailles de couleur crème.

Les métaux.

Papier.

PE (polyéthylène).

Paillètes colorées.

Tableau 13. Taux d'impuretés pour les différents échantillons.

Impuretés % Echantillon	PVC	Ecailles huileuses	métaux	Papier	PE	Paillètes colorées	Classe
1	1,3	> 0.1	0	0,15	0,097	présence	H
2	0,003	0,075	0	0,042	0,051	présence	C
3	traces	0,03	0	0,01	0,008	traces	B
4	traces	traces	0	0	0	absence	A

➤ Exemple de calcul

Taux de PVC

100g → 100 %

1,3g → X %

$$X = 1,3 \%$$

Ecailles huileuses

100 g → 100 %

0,9 g → X %

$$X = 0,9 \%$$

Papier

100 g	→	100 %	X= 0,15 %
0,15 g	→	X %	

PE

100 g	→	100 %	X= 0,097 %
0,097 g	→	X %	

(De la même manière, on procède pour les autres calculs)

I.2 Influence des paramètres de lavage sur la qualité des paillètes

L'ajustement des paramètres de lavage (température de l'eau de lavage, temps de séjour des paillètes dans la cuve du lavage, et concentration de la soude), nous permet d'identifier les conditions favorables pour optimiser la qualité de recyclage.

Les résultats de suivi de procédé sont indiqués dans la partie résultats et interprétations.

II. TRANSFORMATION DES PAILLETES DU PET EN FIBRES DE POLYESTER**II.1 Etude de l'influence du caractère rhéologique (fluidité) du PET fondu sur la qualité de fibres de polyester (ténacité)**

L'étude repose sur l'amélioration des propriétés du PET recyclé par voie mécanique en vue de l'utiliser avec une forte valorisation dans le domaine de textile.

Afin de contrer les effets de la dégradation, la solution retenue dans le cadre de cette étude a été de travailler sur des échantillons (paillètes) du PET. En effet, l'utilisation des écailles du PET bien propres et bien séchées (classe A) diminue le degré de dégradation du polymère, donc conservation des propriétés mécaniques (ténacité) de produit fini. A cet effet, on a opté à réaliser des testes de confirmation MFI et ténacité.

II.1.1 Indice de fluidité à 260°C du PET (MFI)**II.1.1.1 Echantillon PET**

Le PET recyclé que nous avons utilisé dans le cadre de cette étude se présente sous la forme de bâtonnets de longueur voisine de 8mm, de texture homogène, de couleur blanc-bleu et séché dans des tanks.

II.1.1.2 Définition de L'indice de fluidité à l'état fondu

L'indice de fluidité à l'état fondu, autrement appelé MFI (Melt Flow Index), caractérise l'écoulement du polymère à une température donnée. Il est particulièrement utilisé dans l'étude de la filabilité des matériaux pour caractériser la fluidité du polymère à la température de filage. L'appareil nous permettant de mesurer cet indice est le Melt Flow Tester de Thermo Haake. Il est constitué d'un four équipé d'un thermocouple, d'un piston relié à une masse et d'une filière de 2 mm de diamètre. La figure 27 illustre le dispositif de mesure. La masse et la température sont sélectionnées en fonction des polymères selon la norme ISO 1133[37].

II.1.1.3 Etapes de mesure de l'indice de fluidité

- Préchauffage du four et du piston pendant 4 minutes.
- Insertion de 7 g de granulés dans le four.
- Préchauffage de 3 minutes pour amener les granulés à l'état fondu.
- Début de la mesure par la descente du piston sous la masse.
- Coupage toutes les 15 secondes du jonc en sortie de filière à l'aide d'un « couteau ».
- Relevé des masses des différents échantillons par pesée.

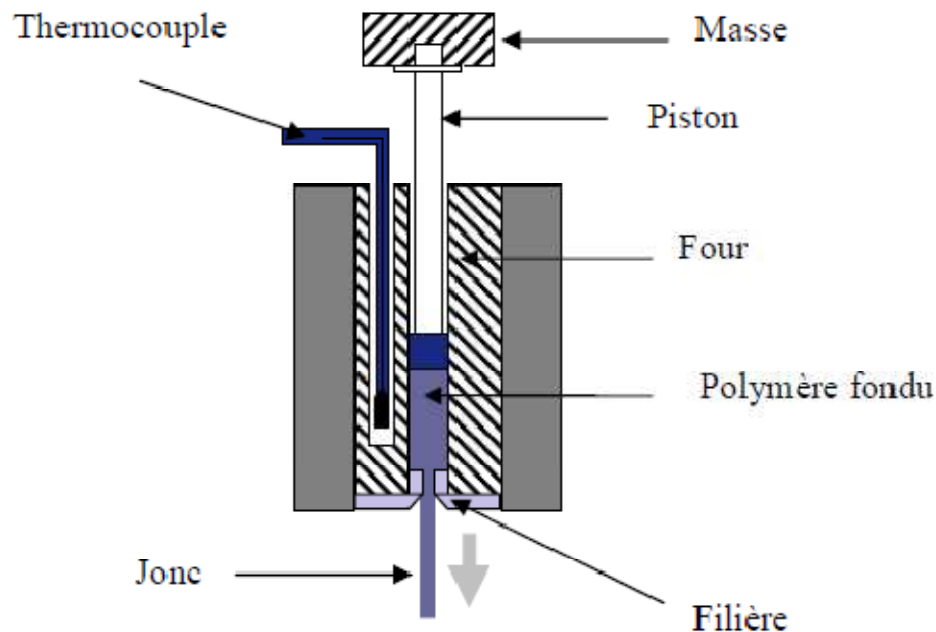


Figure 27. Mesure de l'indice de fluidité par le Melt Flow Tester.

II.1.1.4 Principe

Mesure de la masse de matière thermoplastique traversant une filière donnée sous l'action d'une pression définie, pendant un temps donné et à une température donnée.

II.1.1.5 Expression des résultats

Il faut couper à des intervalles de temps régulier des morceaux d'extrudat d'une longueur d'environ 20 mm.

$$IF (T, M) = 600 \times m / t$$

- T : Température de l'essai.
- M : Masse utilisée en kg.
- m : Masse moyenne des extrudats obtenus.
- t : Intervalle de temps en secondes entre deux coupes d'extrudats.



Figure 28. Appareil de mesure de l'indice de fluidité utilisé par RET PLAST.

II.1.2 Ténacité (résistance) de la fibre de polyester

Parmi les paramètres de qualité de la fibre de polyester, la résistance mécanique ou la ténacité.

II.1.2.1 Définition de la ténacité

La résistance correspond à la force mesurée lors de la rupture du fil sous traction au dynamomètre. Elle s'exprime en newton (N).

La ténacité correspond à la résistance ramenée à 1 tex, elle s'exprime donc en newtons ou en centinewton par tex. Cela permet de comparer la résistance des fils indépendamment de leur grosseur [36].

$$T \text{ ou } \sigma = \frac{N}{\text{tex}}$$

- T ou σ : Ténacité.
- N : Force.
- tex : Titre de fil ou de la fibre.

II.1.2.2 Echantillonnage

La prise des échantillons de la fibre de polyester s'effectue à la fin de la chaîne de production (produit fini), les mesures de la ténacité sont réalisées à l'aide d'un dynamomètre.

II.1.2.3 Description de dynamomètre

Un dynamomètre numérique est un instrument composé d'un capteur de force, d'un dispositif électronique et d'un afficheur. Le capteur de force est le cœur du système. Il peut être assimilé à un ressort qui se déforme en fonction de la force appliquée. Lorsque ce capteur se déforme, les jauges de déformation mesurent les contraintes appliquées et émettent une tension électrique proportionnelle à la force. L'électronique du dynamomètre interprète alors cette tension pour l'afficher en unité de force.



Figure 29. Dynamomètre utilisé par l'unité RETPLAST.

II.2 Etude de l'influence du type de classe sur la ténacité de la fibre de polyester

On a pu réaliser cette étude, en faisant un suivi pour les transformations des différents types de classe (A, B, C et H), puis à la fin on mesure la ténacité avec un dynamomètre.

III. ANALYSE DES DONNEES EXPERIMENTALES

Pour analyser les mesures expérimentales, nous avons eu recours à l'utilisation d'un ordinateur disponible au laboratoire des matériaux organique. Tous nos programmes sont écrits en langage FORTRAN 77.

Comme logiciel graphique nous avons travaillé avec l'Excel qui nous a permis de réaliser les différents tracés.

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSIONS

I. INFLUENCE DES PARAMÈTRES DE LAVAGE SUR LA QUALITÉ DES PAILLÈTES

Pour avoir une bonne qualité du broyé (paillettes) qui est considéré comme une matière première pour fabriquer la fibre de polyester, le procédé doit se dérouler dans des conditions et des recommandations bien déterminées. Pour assurer cette qualité du broyé, nous avons étudié l'effet de quelques paramètres sur la qualité des écailles (type de classe).

a. Temps de séjour des paillettes dans la cuve du lavage

Le temps de séjour des paillettes dans la cuve du lavage est un facteur déterminant. D'après la figure 30, on constate que le degré de propreté des paillettes varie proportionnellement avec leurs séjour dans la cuve, c'est-à-dire le temps de contact des paillettes avec l'eau et la soude est important jusqu'à un temps de 10 minutes. Au-delà le degré du lavage est optimal, proche de 100% (Classe A).

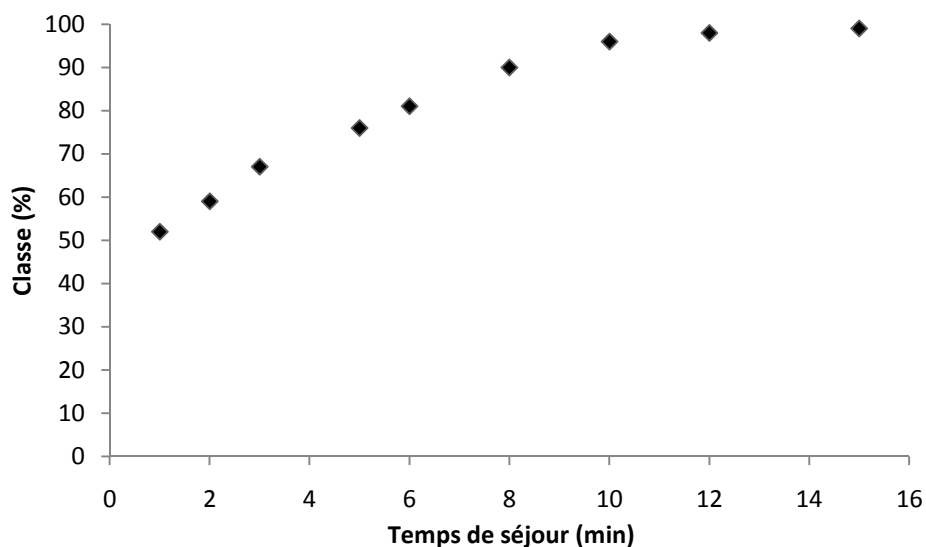


Figure 30. Effet du temps de séjour sur la qualité du lavage des écailles.

b. Température de l'eau du lavage

La figure 31 montre que la température de l'eau du lavage détermine la qualité des écailles. On remarque qu'à température élevée (~ 80°C) il ya apparition de la bonne qualité. A partir de cette valeur il ya toujours le même effet. La température de lavage est considérée comme un facteur important sachant qu'elle aide à dissoudre les souillures et la soude et augmente l'efficacité de cette dernière (activation de la réaction).

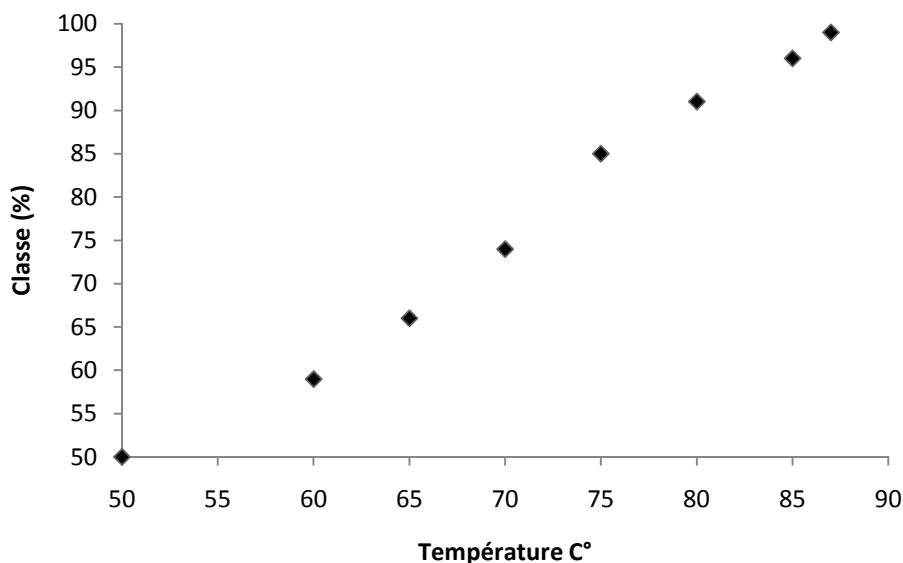


Figure 31. Effet de la température de l'eau sur la qualité du lavage des écailles.

c. Concentration de la soude

La soude est une base très utile dans l'industrie (lavage), la variation des concentrations détermine la qualité du lavage.

D'après la figure 32, on constate que l'augmentation de la concentration de la soude améliore la qualité du lavage. Sachant que la soude a un effet corrosif qui participe dans l'élimination d'une part importante de souillures, à partir de la valeur 1,5 % (concentration NaOH) il ya apparition de la qualité des paillètes envisagée (Classe A).

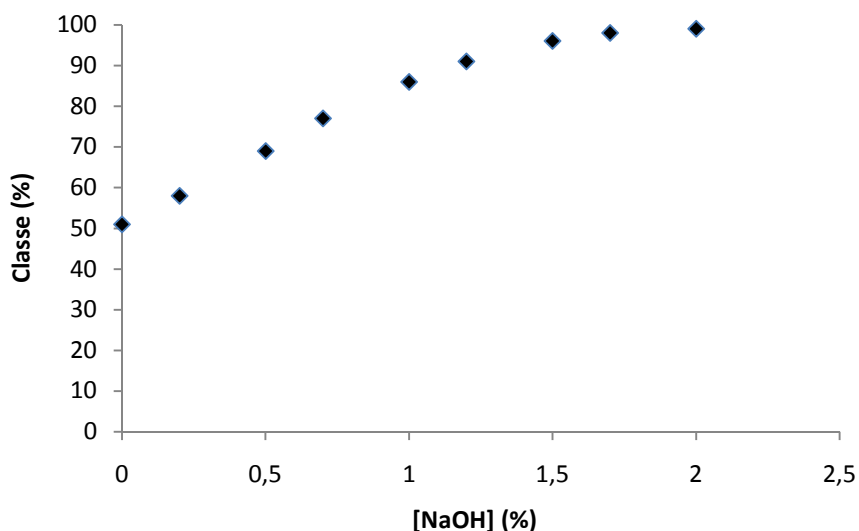


Figure 32. Influence de la concentration de la soude sur la qualité des écailles.

II. INFLUENCE DES PARAMETRES TYPE DE CLASSE ET LA RHEOLOGIE (MFI) DU PET SUR LA QUALITÉ DE LA FIBRE DE POLYESTER

a. Type de classe

D'après la figure 33, on remarque que la ténacité dépend de la nature de classe. Les classes H et C donnent des faibles valeurs de ténacité, ceci s'explique par la présence d'impuretés qui causent des anomalies sur les caractéristiques macromoléculaires en diminuant le poids moléculaire (dégradation) du PET. Par exemple, la présence du PVC contribue à dégrader le polymère et diminue la résistance mécanique de la fibre.

Par contre, les classes propres (A et B), dépourvues d'impuretés, donnent les caractéristiques mécaniques souhaitées, valeurs de ténacité importantes pour la fibre de polyester. Donc, on constate que la partie broyage-lavage influe sur la qualité finale du produit (fibre).

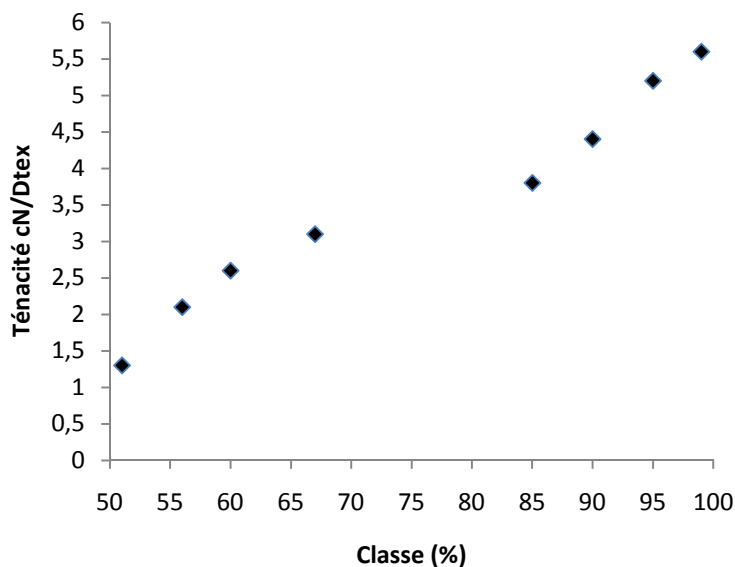


Figure 33. Variation de la ténacité de la fibre en fonction de type de classe de paillètes.

b. Indice de fluidité

D'après la figure 34, la ténacité de la fibre est inversement proportionnelle à l'indice de fluidité. Un indice de fluidité important indique que la résine du PET est trop fluide, ce qui conduit à la dégradation progressive du thermoplastique qui s'explique par :

- Une dégradation hydrolytique du thermoplastique à cause du manque de séchage au niveau des tanks.
- La présence de contaminants dus au mauvais lavage et à un système de tri non performant.
- La dégradation thermo-oxydative qui est due à la variation de la température d'extrusion en présence de l'oxygène.

Cette dégradation, qui influe sur la rhéologie de la résine du PET, influe également sur les caractéristiques mécaniques surtout au niveau de filage, étirage et sur la résistance mécanique de la fibre de polyester (ténacité).

On conclue que pour avoir une fibre de haute ténacité, il faut que l'indice de fluidité soit adéquat pour le filage après l'extrusion (à partir de 30g/10min).

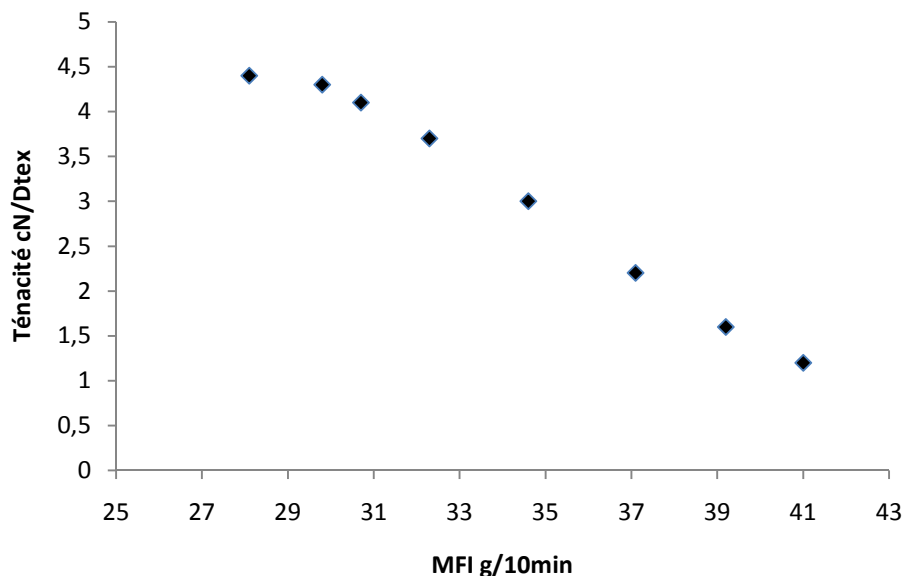


Figure 34. Variation de la ténacité de la fibre en fonction de l'indice de fluidité à 260°C.

III. OPTIMISATION DES PARAMETRES DE LA VALORISATION DU PET EN FIBRES DE POLYESTER

III.1 INTRODUCTION

Toute prévision de l'état futur d'un système (chimique, biologique,...) est basée sur une relation mathématique exprimant l'évolution du système. Cette approche est appelée modélisation. Dans certains cas, la connaissance des paramètres régissant le système nous permet de proposer un modèle mathématique précis, déterministe, que l'on nomme modèle de connaissance. Mais souvent on ignore ces mécanismes ou encore les mesures effectuées sur le phénomène étudié peuvent être influencées par des facteurs aléatoires. On peut alors proposer un modèle statistique dont on cherchera à estimer les paramètres à partir de l'échantillon de mesures ainsi effectuées. Par ailleurs, il n'est pas toujours possible de proposer un modèle précis et de faire des hypothèses a priori sur les données. Cette partie de la statistique sans modèle appelée « analyse des données » [38].

Dans le cadre de notre travail, nous analysons les paramètres caractérisant la qualité du produit final en utilisant l'approximation aux moindres carrés ou la régression linéaire multiple. Le type de modèle linéaire adapté dans ce cas est le suivant :

$$Y = F(X) = \sum_{j=1}^m (C_j * f_j(x(i)))$$

Y= Critère de produit.

X = type de facteur.

C_j= Coefficient du modèle (à déterminer).

m = nombre de coefficient du modèle.

Nous avons supposé que l'évolution d'un critère à travers le type de facteur est linéaire par rapport aux coefficients (ou paramètres) du modèle.

La forme de la fonction est : **Y=F(x)**

L'étude est effectuée grâce à un programme élaboré en langage fortran en y introduisant des modèles d'analyses statistiques.

Les principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle sont résumées sur l'organigramme montré sur la figure 35. Pour la partie analyse de la régression, l'organigramme sur la figure 36 montre clairement la procédure et les méthodes utilisées.

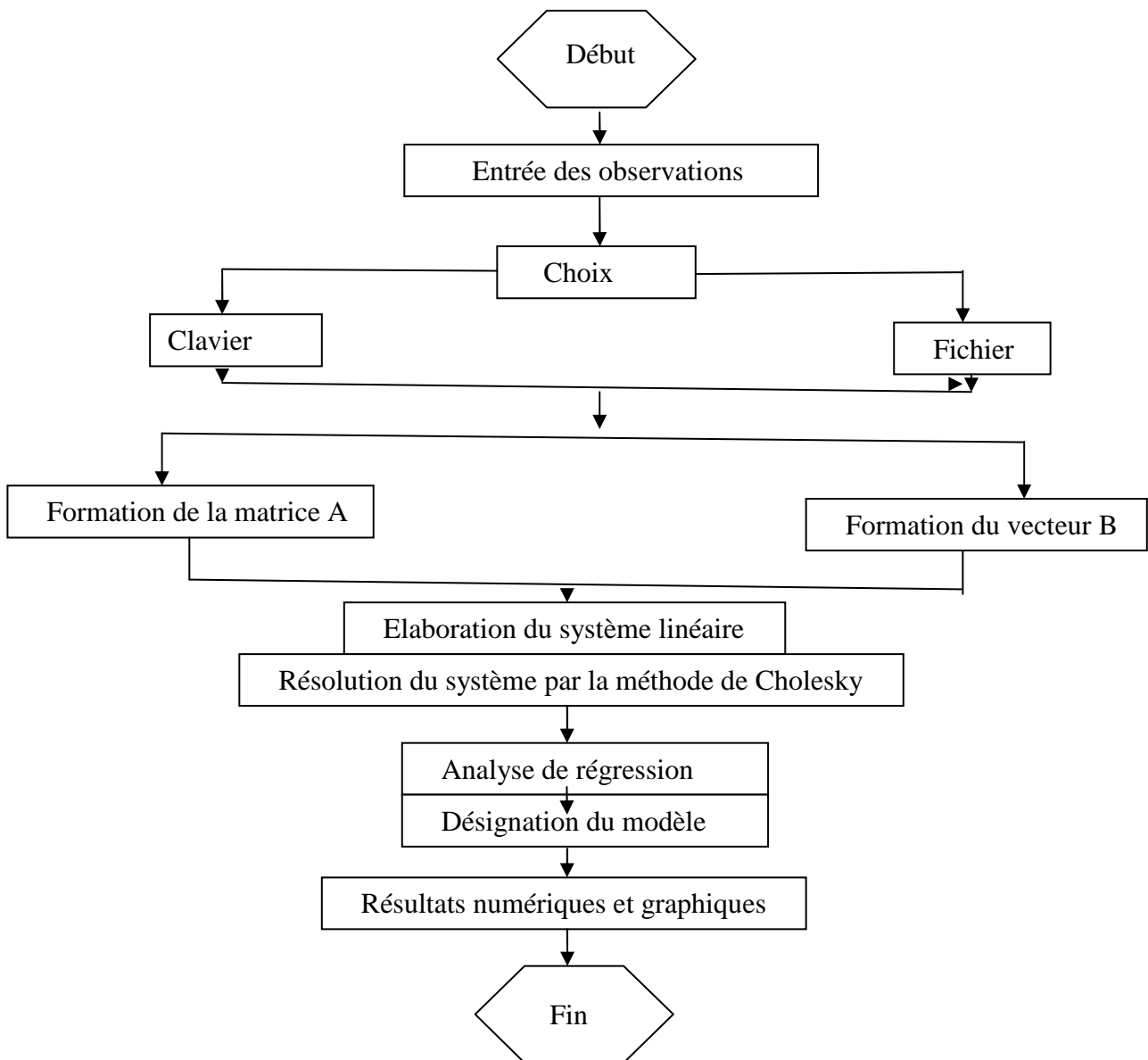


Figure 35. Principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle.

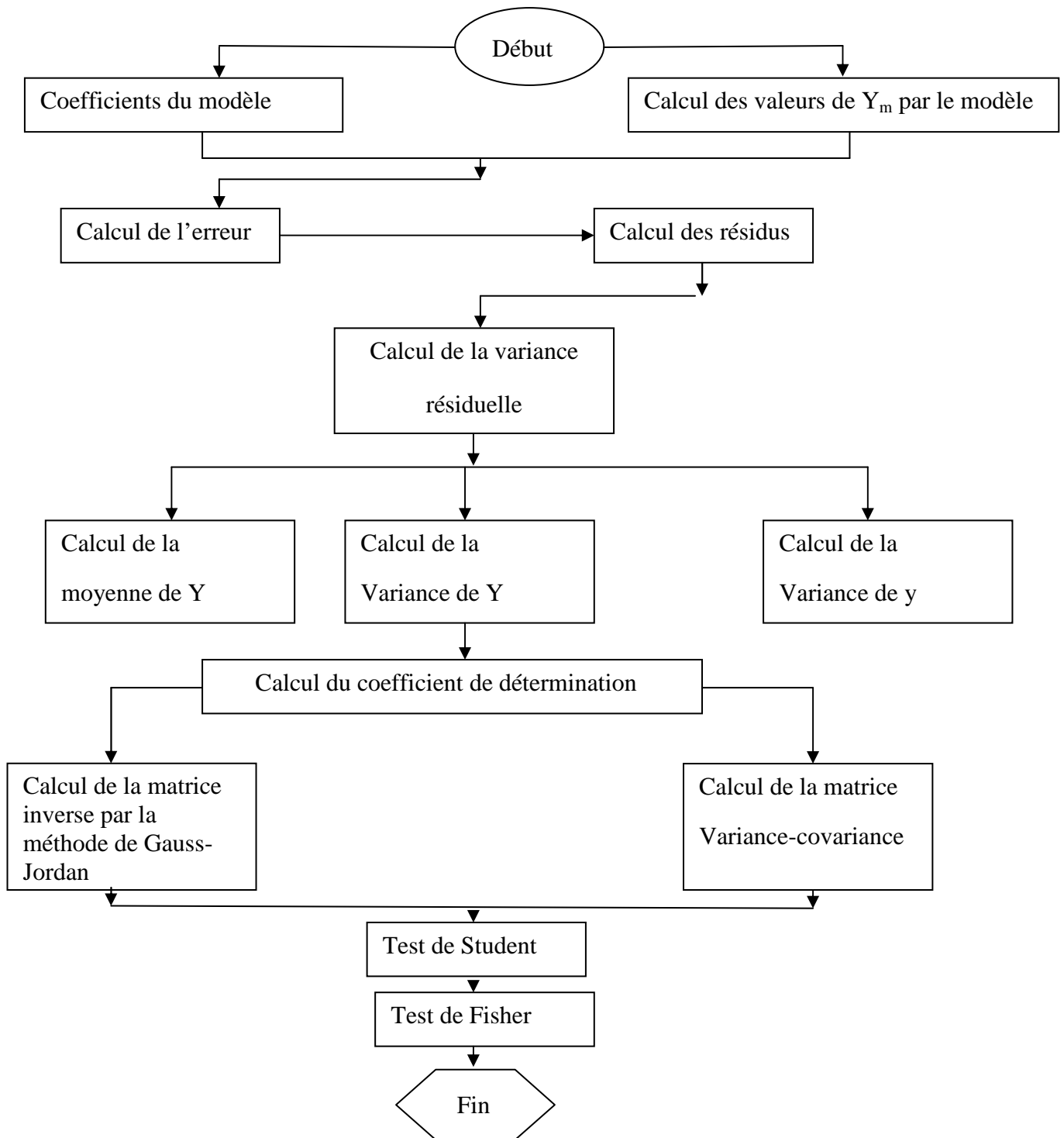


Figure 36. Analyse de la régression.

III.2 RESULTATS DE L'ANALYSE

III.2.1 Type de paillètes en fonction du temps du séjour, de la concentration de la soude et de la température de l'eau du lavage

Les tableaux 14, 16 et 18 présentent la variation de type de classe en fonction de facteur du lavage : temps de séjour, la concentration de la soude et la température de l'eau avec

X : Les valeurs de paramètre de lavage.

Y-obs : Les résultats des testes effectués expérimentalement.

Y-cal : Les valeurs estimées par le modèle.

Résidus : L'écart entre Y-obs et Y-cal .

c. Temps du séjour

Tableau 14. Variation de type de classe de paillètes en fonction du temps de séjour des paillètes dans la cuve du lavage.

X	Y-obs	Y-cal	Résidus
1	52	52.1516	-0.1516
2	59	59.2138	-0.2138
3	67	65.7048	1.2952
5	76	76.9733	-0.9733
6	81	81.7508	-0.7508
8	90	89.5921	0.4079
10	96	95.1487	0.8513
12	98	98.4205	-0.4205
15	99	99.0443	-0.0443

Le modèle proposé est le suivant :

$$Y = C_1 + C_2 * X + C_3 * X^2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

Ce modèle est de la forme polynomiale avec les coefficients suivants :

$$C_1 = 44.5181.$$

$$C_2 = 7.9190.$$

$$C_3 = - 285. 5964 * 10^{-3}.$$

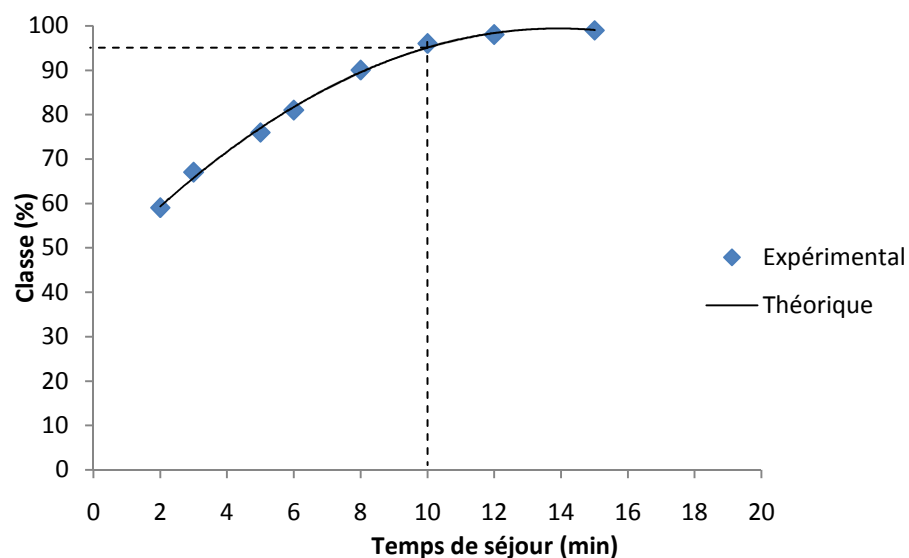
Le choix du modèle (équation (1)) présenté a été effectué sur la base des critères statistiques présentés dans le tableau (15), dont les valeurs sont satisfaisantes.

Tableau 15. Valeurs des critères statistiques du modèle choisi le type de classe en fonction le temps de séjour.

Variance résiduelle	Coefficient de corrélation (%)	Les tests de Student			Le Fischer calculé	Le Fischer tabulé
		Le test Student tabulé $T(n-m, \alpha/2) = 2.44$				
0.7211	99.82	T(C ₁)	T(C ₂)	T(C ₃)	832.12	6.94
		55.42	31.62	18.26		

- La variance résiduelle de ce modèle est plus petite que celles des autres modèles testés, elle est de 0.7211.
- La valeur trouvée du coefficient de corrélation (ou de détermination) est la plus importante 99,82%.
- Les valeurs des testes de Student nous indiquent que tous les coefficients du modèle sont retenus, car elles sont supérieures à la valeur du Student. (table de Student).
- La valeur du test de Fischer calculée est beaucoup plus grande que la valeur du test de Fischer tabulée, ce qui nous valide le modèle en entier.

La représentation graphique ci-dessous (figure 37) montre que le temps de séjour optimal est de 10 minutes, il représente une efficacité de 96% pour les résultats expérimentaux.

**Figure 37.** Variation de type de classe en fonction du temps de séjour.

d. Concentration de la soude ajoutée dans la cuve de lavage

Tableau 16. Variation de type de classe de paillettes en fonction de la concentration de la soude dans la cuve du lavage.

X	Y-obs	Y-cal	Résidus
0.0	51	49.7525	1.2475
0.2	58	58.6976	-0.6976
0.5	69	70.4686	-1.4686
0.7	77	77.2183	-0.2183
1.0	86	85.6963	0.3037
1.2	91	90.2506	0.7494
1.5	96	95.4355	0.5645
1.7	98	97.7944	0.2056
2	99	99.6863	-0.6863

Le modèle obtenu est le suivant :

$$Y = C_1 + C_2 * X + C_3 * X^2 \quad \dots\dots\dots (2)$$

Ce modèle est de la forme polynomiale avec les coefficients suivants :

$$C_1 = 49.7525 \qquad C_2 = 46.9206 \qquad C_3 = - 10.9768$$

Le modèle précédent (équation (2)) a été choisi sur la base des critères statistiques présentés dans le tableau 17.

Tableau 17. Valeurs des critères statistiques du modèle choisi le type de classe en fonction la concentration de la soude.

Variance résiduelle	Coefficient de corrélation (%)	Les tests de Student			Le Fischer calculé	Le Fischer tabulé
		Le test Student tabulé T (n-m,α/2) = 2.44				
0.9555	99.77	T(C ₁)	T(C ₂)	T(C ₃)	1331.47	5.14
		64.63	25.73	12.35		

Les résultats du tableau 17 justifient l'utilisation de l'équation (2) :

- La variance résiduelle est de l'ordre de 0.9555.
- Une valeur de détermination proche de l'unité. Elle est de 99.77%.

- Les valeurs des testes Student indiquent que tous les coefficients du modèle sont retenus.
- La valeur du Fischer calculée supérieur à celle du Fischer tabulée.

Une concentration de la soude de 1.5%, qui est considérée comme un point de début d’optimisation, donne un taux de 96%.

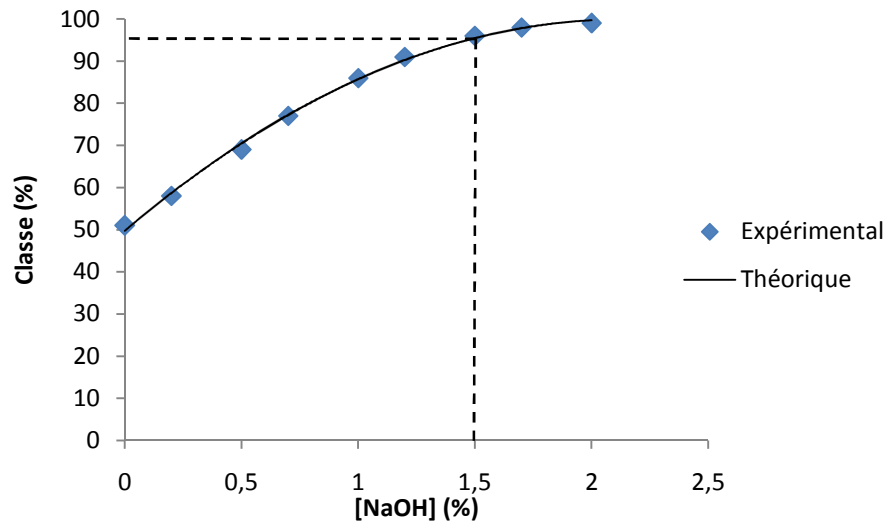


Figure 38. Variation de type de classe en fonction de la concentration de la soude.

e. Température de l’eau du lavage dans la cuve

Tableau 18. Variation de type de classe de paillettes en fonction de la température de l’eau de lavage dans la cuve.

X	Y-obs	Y-cal	Résidus
50	50	50.1637	-0.1637
60	59	58.4124	0.5876
65	66	66.1830	-0.1830
70	74	74.9741	-0.9741
75	85	83.7282	1.2718
80	91	91.3874	-0.3874
85	96	96.8941	-0.8941
87	99	98.2571	0.7429

Le modèle proposé est le suivant :

$$Y = C_1 + C_2 * X + C_3 * X^2 + C_4 * X^3 \dots\dots\dots(3)$$

Ce modèle est de la forme polynomiale avec les coefficients suivants :

$$C_1 = 429.7738$$

$$C_2 = - 18.8372$$

$$C_3 = 295.4143 \cdot 10^{-3}$$

$$C_4 = - 1.4102 \cdot 10^{-3}$$

Le modèle précédent (équation (3)) a été choisi sur la base des critères statistiques présentés dans le tableau 19.

Tableau 19. Valeurs des critères statistiques du modèle choisi le type de classe en fonction de la température de l'eau du lavage.

Variance résiduelle	Coefficient t de corrélation (%)	Les tests de Student				Le Fischer calculé	Le Fischer tabulé
		Le test Student tabulé $T(n-m, \alpha/2) = 2.77$					
1.1183	99.94	T(C ₁)	T(C ₂)	T(C ₃)	T(C ₄)	680.98	6.59
		4.54	4.38	4.63	4.54		

- La variance résiduelle est de l'ordre de 1.1183.
- La valeur du coefficient de corrélation est de 99.94%.
- Les valeurs des testes Student indiquent que tous les coefficients du modèle sont retenus.
- La valeur du Fischer calculé supérieur à celle du Fischer tabulée, ce qui nous valide le modèle choisi.

D'après la figure 39, la température optimale qui donne un meilleur rendement est située autour de 85 °C.

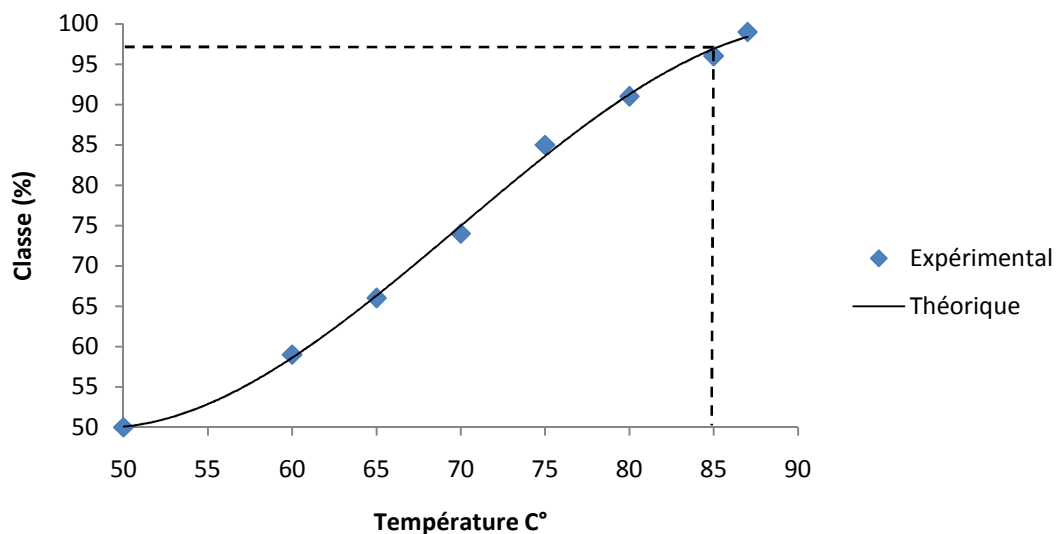


Figure 39. Variation de type de classe en fonction de la température de l'eau du lavage.

III.2.2 Ténacité de la fibre de polyester en fonction du type de classe et de l'indice de fluidité du PET fondu

Les tableaux 20 et 22 présentent respectivement, la variation de la ténacité de la fibre de polyester en fonction de type de classe et l'indice de fluidité avec :

X : Type de classe en pourcentage (tableaux 20) ou valeurs de l'indice de fluidité (tableau 22).

Y-obs : Les résultats des testes effectués expérimentalement.

Y-cal : Les valeurs estimées par le modèle.

Résidus : l'écart entre Y-obs et Y-cal.

a. Ténacité de la fibre en fonction du type de classe du PET

Tableau 20. Variation de la ténacité de la fibre en fonction de type de classe.

X	Y-obs	Y-cal	Résidus
51	1.3	1.6374	-0.3374
55	2.1	1.9467	0.1533
60	2.6	2.3333	0.2667
67	3.1	2.8746	0.2254
85	3.8	4.2664	-0.4664
90	4.4	4.6530	-0.2530
95	5.2	5.0397	0.1603
99	5.6	5.3489	0.2511

Le modèle obtenu est le suivant :

$$Y = C_1 + C_2 * X \dots\dots\dots (4)$$

Ce modèle est de la forme polynomiale avec les coefficients suivants :

$$C_1 = - 4.6617 \qquad C_2 = 12.0906$$

Le modèle de l'équation (4) a été choisi sur la base des critères statistiques présentés dans le tableau 21.

Tableau 21. Valeurs des critères statistiques du modèle choisi pour la ténacité de la fibre synthétisée selon le type de classe

Variance résiduelle	Coefficient de corrélation (%)	Les tests de Student		Le Fischer calculé	Le Fischer tabulé
		Le test Student tabulé T (n-m, $\alpha/2$)= 2,44			
0.1049	96.05	T(C ₁)	T(C ₂)	146.18	5.99
		4.66	12.09		

Le modèle présenté a été sélectionné parmi plusieurs autres, ayant la même forme générale, en utilisant les critères statistiques présentés dans le tableau 21. On tire les remarques suivantes :

- La variance résiduelle de ce modèle est plus petite que celles des autres modèles testés, elle est de 0.1049.
- La valeur trouvée du coefficient de corrélation (ou de détermination) est la plus importante 96.05%.
- Les valeurs des tests de Student nous indiquent que tous les coefficients du modèle sont retenus. car elles sont supérieures à la valeur du Student. (table de Student).
- La valeur du test de Fischer calculée est beaucoup plus grande que la valeur du test de Fischer tabulée, ce qui nous valide le modèle en entier.

Le graphe présenté dans la figure 40 montre qu'à un taux de traitement de 90 % (classe B) représente une valeur de ténacité de 4.4 cN/dtex. Donc, on peut optimiser la résistance de la fibre à partir de la classe B.

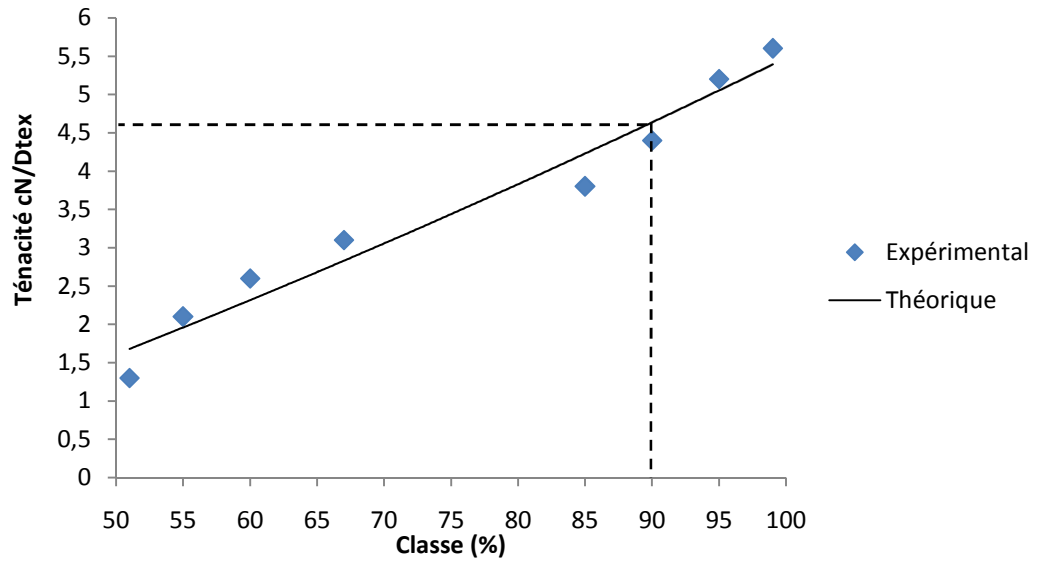


Figure 40. Variation de la ténacité en fonction de type de classe.

b. Ténacité de la fibre selon l'indice de fluidité du PET à 260°c

Tableau 22. Variation de la ténacité de la fibre en fonction de type de classe.

X	Y-obs	Y-cal	Résidus
41.0	1.2	1.1822	0.0178
39.2	1.6	1.6098	-0.0098
37.1	2.2	2.2240	-0.0240
34.6	3.0	3.0139	-0.0139
32.3	3.7	3.6902	0.0098
30.7	4.1	4.0762	0.0238
29.8	4.3	4.2477	0.0523
28.1	4.4	4.4561	-0.0561

Le modèle obtenu est le suivant :

$$Y = C_1 + C_2 * X + C_3 * X^2 + C_4 * X^3 \dots\dots (5)$$

Les coefficients de l'équation (5) suivants :

$$C_1 = -50.0363 \qquad C_2 = 5.0573$$

$$C_3 = -150.3555 * 10^{-3} \qquad C_4 = 1.4018 * 10^{-3}$$

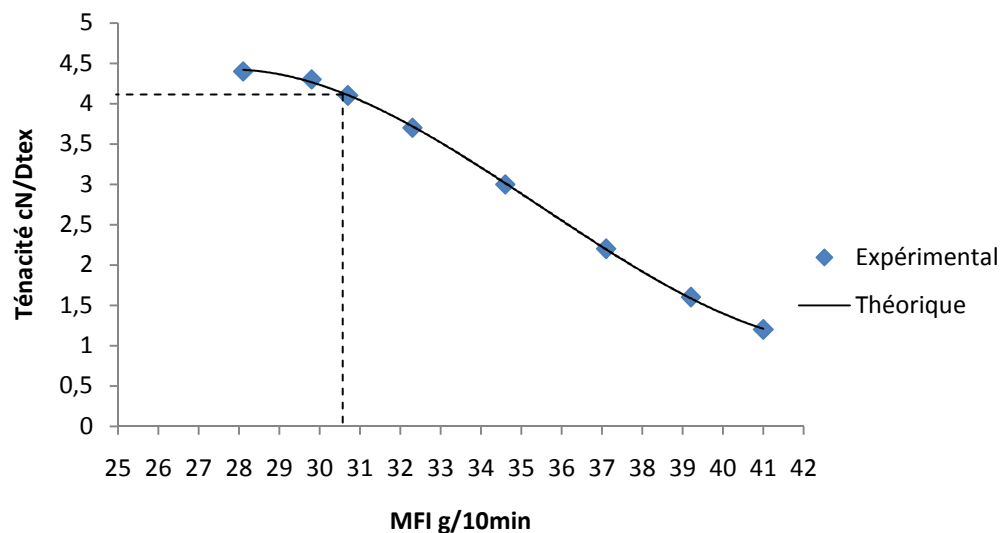
Le modèle de l'équation (5) a été sélectionné parmi plusieurs autres, ayant la même forme générale, en utilisant les critères statistiques présentés dans le tableau 23.

Tableau 23. Valeurs des critères statistiques du modèle choisi pour la ténacité de la fibre synthétisée selon l'indice de fluidité.

Variance résiduelle	Coefficient de corrélation (%)	Les tests de Student				Le Fischer calculé	Le Fischer tabulé
		Le test Student tabulé $T(n-m, \alpha/2) = 2.77$					
1.9315	99.64	T(C ₁)	T(C ₂)	T(C ₃)	T(C ₄)	1918.95	6.59
		3.79	4.34	4.41	4.26		

- La variance résiduelle de ce modèle est plus petite que celles des autres modèles testés, elle est de 1.9315.
- La valeur trouvée du coefficient de corrélation (ou de détermination) est la plus importante 99.64%.
- Les valeurs des tests de Student nous indiquent que tous les coefficients du modèle sont retenus. car elles sont supérieures à la valeur du Student. (table de Student).
- La valeur du test de Fischer calculée est beaucoup plus grande que la valeur du test de Fischer tabulée, ce qui nous valide le modèle en entier.

La figure 41 montre que pour qu'une fibre soit de bonne résistance mécanique, il faut que l'indice de fluidité soit de l'ordre de 30.7 g/10min.

**Figure 41 :** Variation de la ténacité en fonction de l'indice de fluidité à 260°C.

III.3 CONCLUSION

L'analyse des données expérimentales nous a permis de comprendre les conditions et le procédé de transformation du PET en fibres de Polyester.

L'étude montre que le degré de propreté des paillètes est proportionnel au temps de leur séjour dans la cuve, c'est-à-dire le temps de contact des paillètes avec l'eau et la soude. Au-delà de 10 minutes, le degré du lavage est optimal, proche de 100% (Classe A). La température de lavage aide à dissoudre les souillures et la soude et augmente l'efficacité de cette dernière (activation de la réaction). L'augmentation de la concentration de la soude améliore la qualité du lavage. Pour avoir une fibre de haute ténacité, il faut que l'indice de fluidité soit adéquat pour le filage après l'extrusion (à partir de 30g/10min).

CONCLUSION GENERALE

L'utilisation du polyéthylène téréphtalate (PET) bouteille recyclé dans la fibre textile relève d'un enjeu économique et environnemental important, étant donné l'épuisement des matières premières issues de l'extraction du pétrole. Les informations bibliographiques que nous avons présentées indiquent l'importance du PET.

Lors de cette étude, réalisée au niveau de l'unité RET PLAST, nous avons essayé de déterminer quelques paramètres d'optimisation de la valorisation de bouteilles en PET collectées en fibre de polyester. A cet effet, nous avons effectué quelques analyses à différents niveaux de transformation.

- Dans la partie broyage-lavage, nous avons estimé les paramètres de performance du lavage, comme la température du lavage, la concentration de la soude et le temps de séjours des paillètes dans le cuve de lavage. Le système de tri a été étudié en vue de son amélioration.
- Dans la partie transformation des écailles en fibre de polyester, nous avons étudié l'influence de type classe (qualité des paillètes) sur le comportement mécanique de la fibre synthétisée (ténacité), les paillètes bien lavées et bien broyées assurent une fibre de bonne qualité. Nous avons également analysé l'importance du caractère rhéologique dans les transformations du PET (indice de fluidité), plus exactement au niveau de l'extrusion, sachant que le filage nécessite un intervalle de valeur d'indice de fluidité bien déterminé, pour assurer une bonne qualité de la fibre.
- Nous avons cherché à optimiser les paramètres de la valorisation de PET à travers l'analyse des données expérimentales. Les différents paramètres de l'optimisation de la valorisation des bouteilles PET en fibres de polyester ont été déterminés. A savoir l'effet de type d'écailles (classe) et de l'indice de fluidité sur la résistance mécanique de la fibre, les paramètres du lavage tels que la température de l'eau utilisée, le temps de séjours des paillètes dans la cuve du lavage et la concentration de la soude dans la cuve.

Pour améliorer le procédé de transformation et de la valorisation du PET, un ensemble de recommandations est proposé :

1) Etape Broyage-lavage

- Collecte des bouteilles moins sales, en essayant d'installer des points de récolte spéciaux.
- Contrôle rigoureux des appareils de broyage
- Utilisation d'une eau propre pour le lavage.
- Augmentation de la surface du tapis de tri. Installation d'un système infra rouge pour détecter les contaminants et améliorer par conséquent, son efficacité.
- Respect des recommandations du lavage comme : le temps de séjours, la température de l'eau, la concentration de détergent et la soude.
- La granulométrie des paillètes doit être respectée.

2) Etape transformation des paillètes en fibre polyester

Au niveau de séchage (Tanks), il est nécessaire de respecter les paramètres de déshumidification et de cristallisation (la température, la pression, le temps de séchage, homogénéisation des paillètes).

Au niveau de l'extrusion, les recommandations suivantes se dégagent :

- La température de fusion et d'injection doivent être fixées respectivement à 240°C et 260°C.
- Respect de caractère rhéologique du PET fondu (la viscosité / la fluidité).
- Le débit de l'extruda doit être compatible avec nombre de filières.
- Vérification de l'état des tamis et les conditions d'extrusion comme la pression.
- Utilisation des paillètes de bonne qualité (propres, pas d'impuretés, bien sèches).

Au niveau de la mise en forme de la fibre, l'étirage des fibres doit être efficace pour répondre aux exigences de son utilisation. il est également nécessaire d'utiliser des produits d'ensimage adéquats pour les filaments.

ANNEXE

PRESENTATION DE LA SARL RET PLAST

La SARL RETPLAST est spécialisée dans la collecte et le recyclage des déchets d'emballage en matière plastique et PET en particulier. Cette activité se situe dans le cadre des objectifs fixés par le ministère de l'environnement en matière de protection de l'environnement et en particulier concernant la gestion rationnelle de la reprise et la valorisation des emballages utilisés.

La société RET PLAST SARL est opérationnelle depuis le 01 janvier 2007. Elle a été créée conformément à la loi N° 01-19 du 27 ramadan 1422 correspondant au 12 Décembre 2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets, et au décret exécutif N° 02/372 DU 11/11/2002 relatif aux déchets d'emballages.

Toute quantité de déchets industriels prise en charge fera l'objet d'une attestation justificative qui sera émise par la société qui est reconnue et agréée par le ministère de l'environnement. L'action se situe dans le cadre des normes en vigueur relatives à la décontamination et à la protection de l'environnement.

I. ACTIVITES DE RET PLAST

L'entreprise RET PLAST est agréée par le ministère de l'environnement: (Réf : 756/SG/02 du 30/07/2002). Elle s'étend sur une superficie de 5 hectares et emploie actuellement 150 ouvriers permanents. Elle a une direction générale à ANNABA et une unité de production de fibre polyester à SETIF. Le plastique ainsi récupéré est d'abord broyé puis lavé avant d'être transformé en fibre de polyester utilisée par les fabricants de couettes et autre. Il sert également comme matière première pour les fabricants de ouate comme la SPA AL FADITEX. (SIDI AICH, BEJAIA).

II. IMPACTS ECONOMIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX

De cette récupération, l'entreprise participe à la dépollution de l'environnement en utilisant ces déchets pour en fabriquer un produit qui était auparavant à 100% importé de l'étranger. D'autre part, elle participe à la création d'emploi directe (150) et un nombre inestimable de chiffonniers informels encouragés par le débouché, en plus du circuit de collecte propre à l'unité.

D'autres fournisseurs agréés tels la déchetterie de Blida, la société IFRI, l'établissement BOUKHEZZAR de Constantine, les établissements DAFRI et BOUKARI de ANNABA.

III. CAPACITES ET OBJECTIFS

Actuellement, l'entreprise récupère environ 250 tonnes /mois (3000 tonnes /an) de déchets et produit environ 190 tonnes /mois soit 2280 tonnes /an de fibre de polyester.

Les objectifs de l'entreprise RET PLAST compte atteindre en production sont de 15 000 tonne/an et pour cela elle a besoin de développer ses capacités de production. Pour ce faire, la création de nouveaux centres de collecte régionaux et également des unités régionales de broyage et de lavage seront nécessaires.

ANNEXE

PRESENTATION DE LA SARL RET PLAST

La SARL RETPLAST est spécialisée dans la collecte et le recyclage des déchets d'emballage en matière plastique et PET en particulier. Cette activité se situe dans le cadre des objectifs fixés par le ministère de l'environnement en matière de protection de l'environnement et en particulier concernant la gestion rationnelle de la reprise et la valorisation des emballages utilisés.

La société RET PLAST SARL est opérationnelle depuis le 01 janvier 2007. Elle a été créée conformément à la loi N° 01-19 du 27 ramadan 1422 correspondant au 12 Décembre 2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets, et au décret exécutif N° 02/372 DU 11/11/2002 relatif aux déchets d'emballages.

Toute quantité de déchets industriels prise en charge fera l'objet d'une attestation justificative qui sera émise par la société qui est reconnue et agréée par le ministère de l'environnement. L'action se situe dans le cadre des normes en vigueur relatives à la décontamination et à la protection de l'environnement.

I. ACTIVITES DE RET PLAST

L'entreprise RET PLAST est agréée par le ministère de l'environnement: (Réf : 756/SG/02 du 30/07/2002). Elle s'étend sur une superficie de 5 hectares et emploie actuellement 150 ouvriers permanents. Elle a une direction générale à ANNABA et une unité de production de fibre polyester à SETIF. Le plastique ainsi récupéré est d'abord broyé puis lavé avant d'être transformé en fibre de polyester utilisée par les fabricants de couettes et autre. Il sert également comme matière première pour les fabricants de ouate comme la SPA AL FADITEX. (SIDI AICH, BEJAIA).

II. IMPACTS ECONOMIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX

De cette récupération, l'entreprise participe à la dépollution de l'environnement en utilisant ces déchets pour en fabriquer un produit qui était auparavant à 100% importé de l'étranger. D'autre part, elle participe à la création d'emploi directe (150) et un nombre inestimable de chiffonniers informels encouragés par le débouché, en plus du circuit de collecte propre à l'unité.

D'autres fournisseurs agréés tels la déchetterie de Blida, la société IFRI, l'établissement BOUKHEZZAR de Constantine, les établissements DAFRI et BOUKARI de ANNABA.

III. CAPACITES ET OBJECTIFS

Actuellement, l'entreprise récupère environ 250 tonnes /mois (3000 tonnes /an) de déchets et produit environ 190 tonnes /mois soit 2280 tonnes /an de fibre de polyester.

Les objectifs de l'entreprise RET PLAST compte atteindre en production sont de 15 000 tonne/an et pour cela elle a besoin de développer ses capacités de production. Pour ce faire, la création de nouveaux centres de collecte régionaux et également des unités régionales de broyage et de lavage seront nécessaires.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **J. BOST**, Matières plastiques. I. Chimie Applications, 2ème édition, Technique et Documentation (Lavoisier), Paris, (1985).
- [2] **R. PERRIN et J.P. SCHARFF**, Chimie industrielle, Edition Masson, Univ de Claude Bernard de Lyon, (1995).
- [3] **H. MASSE**, Couplages thermomécaniques lors de la solidification de matériaux polymères ; thèse doctorat en mécanique. Univ bordeaux I, (2000).
- [4] **O. ZAKI**, Contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transferts de masse sur le comportement mécanique de flacons en polypropylène ; thèse de doctorat en génies des procédés, Univ paris-est, (2008).
- [5] **J.M. HAUDIN et C. G'SELL**, Structure et morphologie des polymères semi-cristallins. In Introduction à la mécanique des polymères. Institut National polytechnique de Lorraine, Nancy, France, 97-115, (1995).
- [6] **M. CARREGA**, Collection: Aide-mémoire de l'ingénieur, Dunod /L'Usine Nouvelle - 2ème édition, (2009).
- [7] **S. ETIENNE et L. DAVID**, Introduction à la physique des polymères. Paris, Dunod, (2002).
- [8] **J.C. MORIN**, Guide de l'utilisateur des profiles plastiques, syndicat national des profilés plastiques, Paris, France, (2000).
- [9] **J.P. BAÏLON et J.M. DORLOT**, Des matériaux, troisième édition. Presses internationales Polytechniques, école Polytechnique de Montréal, (2005).
- [10] **M. ALBA**, Microstructures, micro mécanismes et comportement à rupture de fibres PA66., thèse de doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2003).
- [11] **C. ANGELLOZ, L. CARAMARO, P. LAINE et J. VAIJA**, Comportement au vieillissement de fibres textiles synthétiques composantes de sangles, élingues et cordes toronnées, (2005).
- [12] **B. GANTILLON et R. SPITZ**, Mckenna, T.F Macromol. Mater.Eng, 289-88, (2004).
- [13] **N. KERBOUA** ; Etude de recyclage de déchets de polyéthylène téréphtalate(PET) utilisé pour la fabrication de bouteilles (eaux minérales), thèse doctorat en Génie des Procédés, Univ de Béjaia, (2010).

- [14] **E. MARECHAL, P.H. GEIL, V.B. GUPTA et Z. BASHIR**, Handbook of thermoplastic polyesters. Volume 1: Homopolymers and copolymers, Edité par Stoyko FAKIROV, WILEY-VCH, Allemagne, (2002).
- [15] **K.L. NAIT ALI**, Le PET recycle en emballages alimentaires : approche expérimentale et modélisation ; thèse de doctorat en chimie des matériaux. Univ Montpellier II, (2008).
- [16] **J.P.QUENTIN**, PET ou polyéthylènetéréphtalate. Techniques de l'Ingénieur, J6488, (2004).
- [17] **G. LI, S.L. YANG, J.M. JIANG et C.X. WU**, Polymer, 46, 11142-11148, (2005).
- [18] **U. KÖNCKE, G. ZACHMANN et F.J. BALTA-CALLEJA**, Macromolecules, 29, 6019-6022, (1996).
- [19] **A. VANNIER**, Procédés d'ignifugation du poly(éthylène téréphtalate) - application textile, (2008).
- [20] **H. ZIMMERMANN**, Degradation and Stabilisation of polyesters, Developments in Polymer Degradation – 5, N. Grassie. Applied Science, London, pp. 79-119, (1979).
- [21] **R. ASSADI**, Recyclage du poly(terephthalate d'éthylène), Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (Paris), spécialité Mécanique et Matériaux, 104 f°, (2002).
- [22] **R.ASSADI, X.COLIN et J.VERDU**, « Irreversible structural changes during PET recycling by extrusion », in Polymer, volume 45, pp. 4403-4412, (2004).
- [23] **M. PACI et F.P.LA MANTIA**, « Competition between degradation and chain extension during processing of reclaimed poly(ethylene terephthalate) », in Polymer Degradation and Stability, volume 61, pp. 417-420, (1998).
- [24] **J.J. ROBIN**, Recyclage des thermoplastiques Doc. AM 3 832, Institut des Sciences de l'Ingénieur de Montpellier, (2003).
- [25] **A.J. MÜLLER, J.L. FEIJOO, M.E. ALVAREZ et A.C. FEBLES**, « The calorimetric and mechanical properties of virgin and recycled poly(ethylene terephthalate) from beverage bottles », in Polymer Engineering and Science, volume 27, N° 11, pp. 796-803, (1987).
- [26] **J. CLARK GRIFFIN** ; « Evaluation of PET and recycled PET as replacements for a PETG packaging tray », in *Journal of Plastic Film and Sheeting*, volume 12, pp.139-148, (1996).
- [27] **M. PACI et F.P. LA MANTIA**, Polym. Degrad stab, 63, 11, (1999).
- [28] **A. PAWLAK, M. PLUTA, J. MORAWIEC, A. GALESKI et M. PRACELLA**, Eur Polym, 36, 1875, (2000).
- [29] **N. TORRES J.J. ROBIN ; B. BOUTEVIN**, Eur Polym, 36, 2075, (2000).
- [30] **F. AWAJA et D. PAVEL**, « Recycling of PET », in *European Polymer Journal*, volume 41, pp. 1453-1477, (2005).
- [31] **INRS**, Comportement au vieillissement de fibres textiles synthétiques composantes de sangles, élingues et cordes toronnées, (2005).

- [32] **S. FOURDIN**, Optimisation du procédé de fabrication des non tisses lies par voie chimique : caractérisation de la réticulation du liant et étude des mécanismes d'adhésion fibre / liant, Univ des Sciences et Technologies de Lille (USTL), thèse doctorat, (2004).
- [33] **Rapport du Comité technique de recyclage des emballages plastiques ;** Concevoir une bouteille ou un flacon, (2004).
- [34] **L.A. UTRACKI et M.R.KAMAL**, Polym. Eng. Sci, 22, 96, (1982).
- [35] **M. LE BAILLIF et K.OKSMAN**, The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites. Proc. Progress in Wood et Biofibre Plastic Composites conference, Toronto, ON, Canada, (2006).
- [36] **D. WEIDMANN**, Textiles Techniques, Aide-mémoire de l'ingénieur, (2010).
- [37] **C. AUBRY**, Développement et mise en oeuvre de structures textiles multifonctionnelles contenant des nanotubes de carbone – Application aux capteurs chimiques pour la détection de solvants, thèse doctorat, Univ des sciences et technologiques de Lille, (2009).
- [38] **M. BOUMHRAT et A. GOURDIN**, Méthodes numérique appliquées, Office des Publications Universitaires, Alger, 147, (1991).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **J. BOST**, Matières plastiques. I. Chimie Applications, 2ème édition, Technique et Documentation (Lavoisier), Paris, (1985).
- [2] **R. PERRIN et J.P. SCHARFF**, Chimie industrielle, Edition Masson, Univ de Claude Bernard de Lyon, (1995).
- [3] **H. MASSE**, Couplages thermomécaniques lors de la solidification de matériaux polymères ; thèse doctorat en mécanique. Univ bordeaux I, (2000).
- [4] **O. ZAKI**, Contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transferts de masse sur le comportement mécanique de flacons en polypropylène ; thèse de doctorat en génies des procédés, Univ paris-est, (2008).
- [5] **J.M. HAUDIN et C. G'SELL**, Structure et morphologie des polymères semi-cristallins. In Introduction à la mécanique des polymères. Institut National polytechnique de Lorraine, Nancy, France, 97-115, (1995).
- [6] **M. CARREGA**, Collection: Aide-mémoire de l'ingénieur, Dunod /L'Usine Nouvelle - 2ème édition, (2009).
- [7] **S. ETIENNE et L. DAVID**, Introduction à la physique des polymères. Paris, Dunod, (2002).
- [8] **J.C. MORIN**, Guide de l'utilisateur des profiles plastiques, syndicat national des profilés plastiques, Paris, France, (2000).
- [9] **J.P. BAÏLON et J.M. DORLOT**, Des matériaux, troisième édition. Presses internationales Polytechniques, école Polytechnique de Montréal, (2005).
- [10] **M. ALBA**, Microstructures, micro mécanismes et comportement à rupture de fibres PA66., thèse de doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2003).
- [11] **C. ANGELLOZ, L. CARAMARO, P. LAINE et J. VAIJA**, Comportement au vieillissement de fibres textiles synthétiques composantes de sangles, élingues et cordes toronnées, (2005).
- [12] **B. GANTILLON et R. SPITZ**, Mckenna, T.F Macromol. Mater.Eng, 289-88, (2004).
- [13] **N. KERBOUA** ; Etude de recyclage de déchets de polyéthylène téréphtalate(PET) utilisé pour la fabrication de bouteilles (eaux minérales), thèse doctorat en Génie des Procédés, Univ de Béjaia, (2010).

- [14] **E. MARECHAL, P.H. GEIL, V.B. GUPTA et Z. BASHIR**, Handbook of thermoplastic polyesters. Volume 1: Homopolymers and copolymers, Edité par Stoyko FAKIROV, WILEY-VCH, Allemagne, (2002).
- [15] **K.L. NAIT ALI**, Le PET recycle en emballages alimentaires : approche expérimentale et modélisation ; thèse de doctorat en chimie des matériaux. Univ Montpellier II, (2008).
- [16] **J.P.QUENTIN**, PET ou polyéthylènetéréphtalate. Techniques de l'Ingénieur, J6488, (2004).
- [17] **G. LI, S.L. YANG, J.M. JIANG et C.X. WU**, Polymer, 46, 11142-11148, (2005).
- [18] **U. KÖNCKE, G. ZACHMANN et F.J. BALTA-CALLEJA**, Macromolecules, 29, 6019-6022, (1996).
- [19] **A. VANNIER**, Procédés d'ignifugation du poly(éthylène téréphtalate) - application textile, (2008).
- [20] **H. ZIMMERMANN**, Degradation and Stabilisation of polyesters, Developments in Polymer Degradation – 5, N. Grassie. Applied Science, London, pp. 79-119, (1979).
- [21] **R. ASSADI**, Recyclage du poly(terephthalate d'éthylène), Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (Paris), spécialité Mécanique et Matériaux, 104 f°, (2002).
- [22] **R.ASSADI, X.COLIN et J.VERDU**, « Irreversible structural changes during PET recycling by extrusion », in Polymer, volume 45, pp. 4403-4412, (2004).
- [23] **M. PACI et F.P.LA MANTIA**, « Competition between degradation and chain extension during processing of reclaimed poly(ethylene terephthalate) », in Polymer Degradation and Stability, volume 61, pp. 417-420, (1998).
- [24] **J.J. ROBIN**, Recyclage des thermoplastiques Doc. AM 3 832, Institut des Sciences de l'Ingénieur de Montpellier, (2003).
- [25] **A.J. MÜLLER, J.L. FEIJOO, M.E. ALVAREZ et A.C. FEBLES**, « The calorimetric and mechanical properties of virgin and recycled poly(ethylene terephthalate) from beverage bottles », in Polymer Engineering and Science, volume 27, N° 11, pp. 796-803, (1987).
- [26] **J. CLARK GRIFFIN** ; « Evaluation of PET and recycled PET as replacements for a PETG packaging tray », in *Journal of Plastic Film and Sheeting*, volume 12, pp.139-148, (1996).
- [27] **M. PACI et F.P. LA MANTIA**, Polym. Degrad stab, 63, 11, (1999).
- [28] **A. PAWLAK, M. PLUTA, J. MORAWIEC, A. GALESKI et M. PRACELLA**, Eur Polym, 36, 1875, (2000).
- [29] **N. TORRES J.J. ROBIN ; B. BOUTEVIN**, Eur Polym, 36, 2075, (2000).
- [30] **F. AWAJA et D. PAVEL**, « Recycling of PET », in *European Polymer Journal*, volume 41, pp. 1453-1477, (2005).
- [31] **INRS**, Comportement au vieillissement de fibres textiles synthétiques composantes de sangles, élingues et cordes toronnées, (2005).

- [32] **S. FOURDIN**, Optimisation du procédé de fabrication des non tisses lies par voie chimique : caractérisation de la réticulation du liant et étude des mécanismes d'adhésion fibre / liant, Univ des Sciences et Technologies de Lille (USTL), thèse doctorat, (2004).
- [33] **Rapport du Comité technique de recyclage des emballages plastiques ;** Concevoir une bouteille ou un flacon, (2004).
- [34] **L.A. UTRACKI et M.R.KAMAL**, Polym. Eng. Sci, 22, 96, (1982).
- [35] **M. LE BAILLIF et K.OKSMAN**, The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites. Proc. Progress in Wood et Biofibre Plastic Composites conference, Toronto, ON, Canada, (2006).
- [36] **D. WEIDMANN**, Textiles Techniques, Aide-mémoire de l'ingénieur, (2010).
- [37] **C. AUBRY**, Développement et mise en oeuvre de structures textiles multifonctionnelles contenant des nanotubes de carbone – Application aux capteurs chimiques pour la détection de solvants, thèse doctorat, Univ des sciences et technologiques de Lille, (2009).
- [38] **M. BOUMHRAT et A. GOURDIN**, Méthodes numérique appliquées, Office des Publications Universitaires, Alger, 147, (1991).

Résumé

Cette étude s'inscrit dans le cadre du recyclage des déchets de polyéthylène téréphtalate (PET) qui constitue un gisement abondant en raison de son emploi dans le secteur de l'emballage. Ce polymère étant un thermoplastique, la valorisation mécanique apparaît comme une méthode de choix pour le recycler.

Le but de l'étude que nous avons réalisée au niveau de l'unité de transformation des bouteilles en PET en fibres de polyester (RET PLAST) est d'optimiser quelques paramètres de valorisation. Dans la partie lavage, nous avons analysé l'influence de la température de l'eau de lavage, la concentration de la soude utilisée et le temps de séjour des paillètes dans la cuve du lavage sur le degré de propreté et la classification des écailles. Dans la partie transformation des paillètes en fibres de polyester nous avons déterminé l'influence de type de classe et le caractère rhéologique (indice de fluidité) de la résine de PET au niveau de l'extrusion sur la qualité mécanique (ténacité) de la fibre de polyester synthétisée.

Enfin, nous avons cherché à optimiser les paramètres de lavage et de transformation des paillètes en fibres de polyester en liaison avec les résultats expérimentaux.

Mots clés : Polyéthylène téréphtalate, recyclage, thermoplastique, paillètes, fibre, polyester, rhéologie, indice de fluidité, résine, ténacité.