

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

Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés.

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Sciences et Technologies Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Polymères.

Présenté par

OUIDIR SYPHAX

Thème

**Suivi de la qualité des préformes fabriquées au
niveau de Général Plast d'Akbou**

Soutenue le 30/06/2025

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	
HabiAbderahmane	Professeur	Président
Kerrouche Djamila	MCB	Examinatrice
ZaidiLynda	MCB	Encadrante

Année Universitaire : 2024/2025

REMERCIEMENTS

Je remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour réaliser ce travail.

Je tiens à remercier mon encadrante Dr ZAIDI Lynda pour l'intérêt qu'elle a porté à ce travail, pour ses orientations et ses conseils.

Je remercie particulièrement Mr GASMI le directeur de laboratoire de Générale Plast, toute l'équipe de contrôle de qualité et en particulier OMARI Ouardia.

J'adresse également mes remerciements à tous le département de Génie des procédés, à la Faculté de Technologie de l'Université de Bejaia.

Je remercierai les membres du jury d'avoir accepté de juger mon travail.

Sans oublier de remercier toute ma famille et proches pour leurs soutiens et leurs encouragements.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents,

Sources de vie, d'amour, d'affection et de bienveillance, qui m'ont toujours soutenu, encouragé chaleureusement durant toute ma vie et tout au long de mon parcours. Je tiens donc à les remercier et à leur exprimer mon amour profond et mes immenses gratitudes.

A ma chère épouse qui m'a toujours soutenu durant ma vie, qui est mon bras droit.

A mon frère Ghîles et à ma soeur Dyhîa.

A tous mes amis durant mon parcours : Lounes, Ghîles,

Aïmad, Moh, Malek, Smaïl, Yanis, Lyes, Hamza.

Enfin, A mon encadrante : Dr LYNDIA ZAIDJ et à toutes ma promotion.

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction	1
Chapitre I: Généralités sur le polyéthylène téréphtalate (PET)	
I.1. Définition du PET	3
I.2. Historique du PET	3
I.3. Synthèse du PET	4
I.4. Transformation du PET en préformes	5
I.4.1. Plastification du PET	5
I.4.2. Moulage par injection du PET	6
I.5. Défauts courants des préformes engendrés par la transformation du PET	7
I.6. Dégradation du PET	10
I.6.1. Dégradation thermique	11
I.6.2. Dégradation par l'humidité	11
I.7. Propriétés du PET	12
I.7.1. Propriétés mécaniques du PET	12
I.7.2. Propriétés thermiques du PET	13
I.7.3. Propriétés barrières du PET	13
I.7.4. Propriétés chimiques du PET	14
I.7.5. Propriétés rhéologiques du PET	14
I.8. Domaines d'application du PET	14
I.9. Recyclage du PET	15
Chapitre II: Matériels et méthodes	
II.1. Présentation de l'organisme d'accueil Général Plast (GP)	16
II.1.1. Situation géographique	16
II.1.2. Historique et présentation de la SARL Général Plast	17
II.1.3. Installations et équipements	17
II.1.4. Objectifs de la SARL Générale Plast	17
II.2. Matériaux	18
II.2.1. Polytéraphthalate d'éthylène (PET)	18

II.2.2. Additifs	19
II.2.2.1. Colorants.....	19
II.2.1.3. Anti-UV	20
II.3. Méthodes de caractérisation de la préforme	20
II.3.1. Contrôle pondéral	20
II.3.2. Contrôle géométrique	21
II.3.2.1. Mesure de la hauteur.....	21
II.3.2.2. Mesure du diamètre intérieur et extérieur.....	22
II.3.3. Contrôles spécifiques.....	23
II.3.3.1. Mesure d'épaisseur des préformes	23
II.3.3.3. Mesure de couple d'ouverture /fermeture	25
II.3.4. Analyse sous polariscope.....	26
II.3.5. Analyse colorimétrique.....	27
II.3.6. Détermination du taux d'acétaldéhyde dans le PET	29
Chapitre III: Résultats et discussion	
III.1. Resultats des mesures ponderales et dimensionnelles des préformes	30
III.2. Résultats de Contrôles spécifiques (épaisseur et perpendicularité)	31
III.3. Résultats de contrôle optique sous polariscope.....	32
III.4. Resultats de l'analyse colorimétrique par spectrophotomètre	33
III.5. Taux d'acétaldéhyde	33
Conclusion.....	39
Références bibliographiques	
Résumé	

Liste des abréviations

AA :Acétate d'aldéhyde

ABS :Absence

CHDM :Cyclohexanediméthanol.

CO :Col de préforme

Conf: Conforme

DEG :Di éthylène glycol

DSC :: Differential scanning calorimetry (calorimetriedifferentiellea balayage)

EFSA :The EuropeanfoodSafetyAuthority

EG :Ethylène glycol

FDA :Food and drug administration

HG :Indicateur numérique de hauteur

GPAO :Gestion de production assistée par ordinateur

IST :Iso phtalique

LCD : (Liquid Crystal Display)

Tf :Température de la fusion

Tg :Température de transition vitreuse

PEHD :Polyéthylène haute densité

PET :Polyéthylène téréphtalate

PPM :Unité de mesure d'infrarouge

RPET : Polyéthylène téréphtalate recyclé

UV : Ultraviolet

Liste des figures

Figure I. 1 : Unité de répétition du PET.....	3
Figure I. 2 : Synthèse du PET	4
Figure I. 3 : Machine de moulage par injection.	6
Figure I. 4 : Moule pour les préforme en PET.	6
Figure I. 5 : Robot de refroidissement des préformes.....	7
Figure I. 6 : Bulle d'air sur la préforme.	8
Figure I. 7 : Blanchiment sur la préforme.....	8
Figure I. 8 : Variation de couleur de la préforme.	9
Figure I. 9 : Points noirs sur la préforme.	9
Figure I. 10 : Préformes dégradées et brulées.....	10
Figure I. 11 : Dégradation thermique du PET.	11
Figure I. 12 : Réaction de l'hydrolyse du PET.....	12
Figure I. 13 : Courbe contrainte-déformation du PET amorphe vs cristallin	13
Figure I. 14 : Thermogramme DSC typique du PET.	13
Figure I. 15 : Courbe de viscosité du PET en fonction du cisaillement	14
Figure II. 1 : Situation géographique de SARL Générale	16
Figure II. 2 : Polytéraphthalate d'éthylène (PET).....	19
Figure II. 3 : Colorant de master bâches sous forme de granulés.....	19
Figure II. 4 : Anti UV.....	20
Figure II. 5 : Balance analytique.....	21
Figure II. 6 : Indicateur numérique de hauteur HG-300.....	22
Figure II. 7 : Mesure de diamètre intérieur et extérieure de préforme par pied à coulisse.	22
Figure II. 8 : Comparateur digital AT2E.....	23
Figure II. 9 : Appareil de mesure de la perpendicularité des préformes « PPG-D ».	24
Figure II. 10 : Couple – mètre TMV5.....	25
Figure II. 11 : Polariscopes.....	26
Figure II. 12 : polarité d'une préforme	27
Figure II. 13 : Spectrophotomètre « Konica Minolta CM-5 ».	28
Figure II. 14 : Analyseur d'acétaldéhyde Pevon.....	30

Liste des tableaux

Tableau II. 1 : Quelques caractéristiques du PET.	18
Tableau III. 1 : Résultats des mesures pondérales et dimensionnelles des préformes.	30
Tableau III. 2 : Résultats d'analyse de la mesure d'épaisseur et de la perpendicularité.	31
Tableau III. 3 : Résultats des tests sous polariscope à 45°, 90° et 180°.	32
Tableau III. 4 : Résultat de test de couleur.	33
Tableau III. 5 : Taux d'acétaldéhyde dans la préforme.	33
Tableau III. 6 : Influence du réglage des paramètres process.	34

Introduction

Introduction

Depuis plus de 70 ans, les plastiques, polymères additives, se sont développés et ont pris une place importante dans tous les usages de la vie quotidienne : transport, bâtiment, textile loisir, agriculture, emballage...ex. Aujourd'hui, l'industrie de plastique est devenue parmi les grandes industries de monde car le plastique à remplacer le papier, le carton et l'acier, et qui est dueaux avantages quepossède le plastique par rapport aux autres matériaux. Les plastiques sont faciles à manipuler et ils sont appréciés pour leurs faibles coûts, leurs transparences, leurs légèretés et leurs résistances[1].

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est l'un des polymères les plus industrialisés. Son aptitude à l'étirage et ses bonnes propriétés électriques, chimiques et physiques en ont fait un polymère fortement utilisé par les industries et en particulier dans le secteur de l'emballage alimentaire (bouteilles de l'eau minérale et boissons)[2].

Les procédés utilisés pour la mise en forme des bouteilles en PET sont l'extrusion-soufflage, l'injection soufflage, le soufflage avec bi-orientation, etc.

Le procédé d'injection soufflage est constitué de deux étapes. Dans un premier temps une préforme, de quelques millimètres d'épaisseur et d'une dizaine de centimètres de longueur, est réalisée par injection après un séchage rigoureux de la matière (pour éviter toute hydrolyse lors de la mise en œuvre).Le corps de la préforme est, quant à lui, dimensionné pour guider l'étape de soufflage ultérieure, les conditions d'injection sont choisies pour conserver le matériau dans un état amorphe. La préforme est ensuite refroidie complètement avant le formage de la bouteille[3].

Lors de la fabrication des préformes en PET, plusieurs défauts peuvent apparaître : bulles d'air (dus à une mauvaise plastification ou humidité élevée), blanchissement (causé par un étirage excessif), variation de couleur (mélange ou dosage colorant incorrect), brûlures et points noirs (résidus ou matière dégradée), et matière dégradée (surchauffe ou mauvais séchage). Ces défauts affectent la qualité finale des bouteilles. Pour y remédier, il faut ajuster les paramètres de température, de pression, de dosage et assurer un bon entretien des équipements. Le contrôle rigoureux des conditions de production est essentiel. Des purges régulières et un bon séchage sont aussi indispensables[4].

L'objectif de notre travail est de contrôler la qualité des préformes en PET fabriquées au niveau de Général Plast d'Akbou.

Ce mémoire est divisé en trois chapitres essentiels :

Dans le premier chapitre, on va rapporter quelques généralités sur le PET, en décrivant sa synthèse, le mode de fabrication des préformes en PET, les défauts courants de ces derniers, les causes racines et les solutions adaptées pour y remédier à ces non conformités. Dans le même chapitre, on va donner les types de dégradation du PET, propriétés, applications et le recyclage du PET. Le deuxième chapitre va donner un bref aperçu sur l'entreprise Général Plast, puis une description des matériaux et les méthodes de caractérisations utilisées. Dans le dernier chapitre, on va exposer les résultats des tests de caractérisation des préformes en PET fabriquées au niveau de Général Plast et leurs interprétations.

Chapitre I

Généralités sur le

polyéthylène téréphtalate PET

Chapitre I

Généralités sur le polyéthylène téréphtalate (PET)

I.1. Définition du PET

Le polyéthylène téréphtalate abrégé (PET) est issu de ressources pétrochimiques, près de 1,9 kg de pétrole brut donnent environ 1 kg du PET. C'est un polyester semi-cristallin obtenu par polycondensation de l'éthylène glycol et acide téréphtalate. L'unité de répétition du PET est donnée en figure I.1 [5].

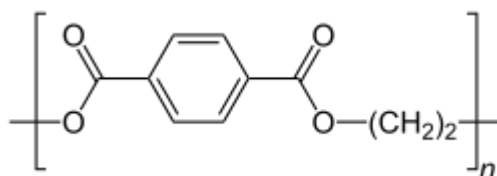


Figure I. 1 : Unité de répétition du PET.

I.2. Historique du PET

Le PET (polyéthylène téréphtalate) a été synthétisé pour la première fois en 1941 par la société British Petroleum. D'abord utilisé dans l'industrie textile, il commence à être commercialisé dans les années 1950, notamment dans le secteur de l'emballage. En 1970, les premières souffleuses à bi-orientation apparaissent, permettant la fabrication de bouteilles PET résistantes et légères. En 1976, la FDA (Food and Drug Administration) autorise officiellement l'utilisation du PET pour le conditionnement des boissons, ce qui marque un tournant décisif dans son développement industriel. Dans les années 1990, le PET s'impose comme matériau principal pour l'emballage de divers produits tels que les jus de fruits, la bière et les boissons remplies à chaud. Parallèlement, les cadences de production augmentent considérablement, passant de 3 600 bouteilles par heure en 1980 à plus de 80 000 bouteilles par heure aujourd'hui. Depuis les années 2000, face aux enjeux environnementaux croissants, l'industrie du PET a engagé une transition vers des pratiques plus durables. Le recyclage s'est intensifié avec l'utilisation croissante du PET recyclé (rPET), la réduction du poids des bouteilles et l'adoption de technologies avancées comme le remplissage aseptique, le soufflage intégré ou encore les barrières anti-oxygène pour les produits sensibles.

Aujourd'hui, le PET est l'un des plastiques les plus recyclés au monde et continue d'évoluer pour répondre aux exigences sanitaires, économiques et écologiques. L'industrie s'oriente désormais vers une économie circulaire, avec des objectifs ambitieux en matière de recyclage et de neutralité carbone d'ici 2030–2040 [6].

I.3. Synthèse du PET

Le PET est synthétisé par polycondensation de l'éthylène glycol (EG) et de l'acide téréphtalate (AT). Elle se fait en deux étapes principales qui sont données comme suit [8]:

- **Estérification ou transestérification** : fonction d'un pré-polymère par entre l'acide (ou ester) et le glycol avec élimination d'eau ou de méthanol voir figure I.2 (a).
- **Polycondensation** : à l'état solide sous vide et à haute température (environ de 200 et 270° C), les chaînes se rallongent avec élimination de glycol formant le polymère final. Cette étape, directement sur les granulés du PET formés, permet d'allonger les chaînes du PET afin d'obtenir les poids moléculaires nécessaires à l'application bouteille voir figure (b).

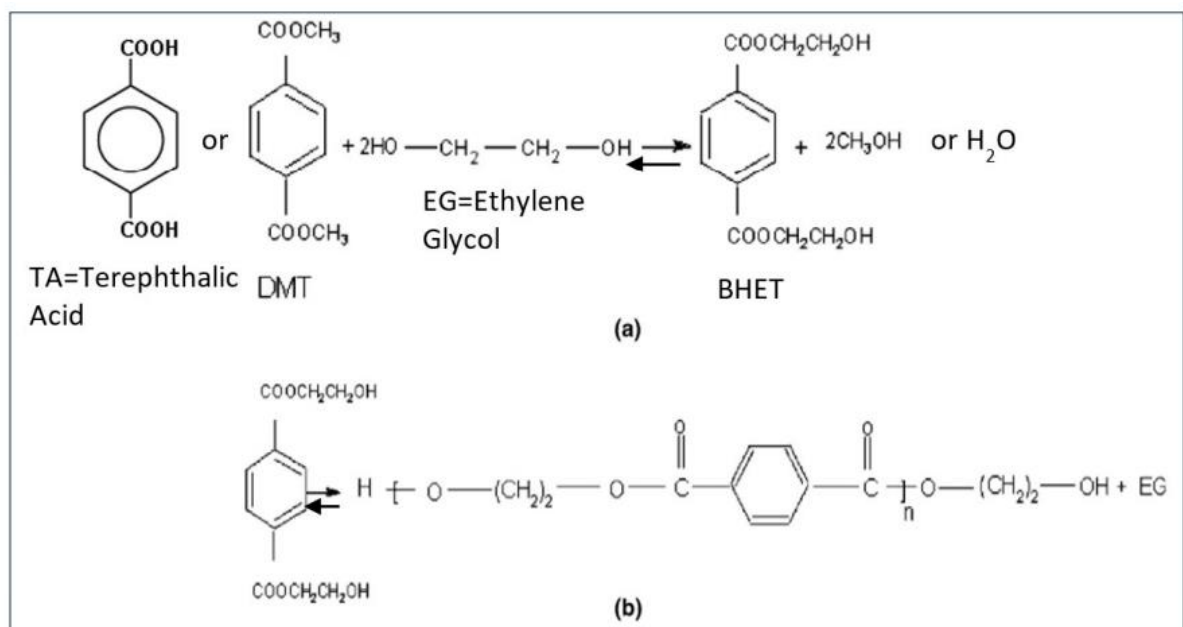


Figure I. 2: Synthèse du PET [8].

I.4. Transformation du PET en préformes

Le processus débute par la réception de la matière première (PET), qui est soumis à des contrôles de conformité effectués par les services de gestion des stocks et de contrôle qualité. Ces vérifications portent sur la quantité livrée, l'état des emballages et les documents accompagnant la marchandise, le PET est conditionné en BIG BAGS vidé dans des silos de transit. Ensuite, il est séché entre 80 °C et 180 °C afin d'éliminer l'humidité des granulés. La matière sèche est ensuite chauffée à environ 175 °C avant d'être injectée, prête pour la fabrication des préformes, les étapes de transformation sont présentées et détaillées ci-dessous :

I.4.1. Plastification du PET

La plastification comporte quatre étapes, à savoir : l'alimentation, la plastification proprement dite, le mixage et le transfert de la matière plastique voir figure I.3.

- **L'alimentation** : Consiste à la libération de la résine, préalablement préparée et chauffée à 180° C°, du silo de sécheur vers la vis de plastification, cette opération est assurée par le biais d'une goulotte d'alimentation hermétique qui préserve la température optimale d'entrée (175-180 C°).
- **La plastification proprement dite** : Consiste à fondre la résine au niveau du fourreau de la vis par l'effet de cisaillement et frottement de cette dernière contre les parois de la vis d'une part et par l'effet des chauffes presses d'autre part. L'énergie fournie pour la plastification provient de deux sources à savoir : la conduction thermique et la dissipation visqueuse.
- **Le mixage** : Il permet l'homogénéisation de la matière plastifiée au niveau du fourreau pour assurer une bonne répartition de particules fondues.

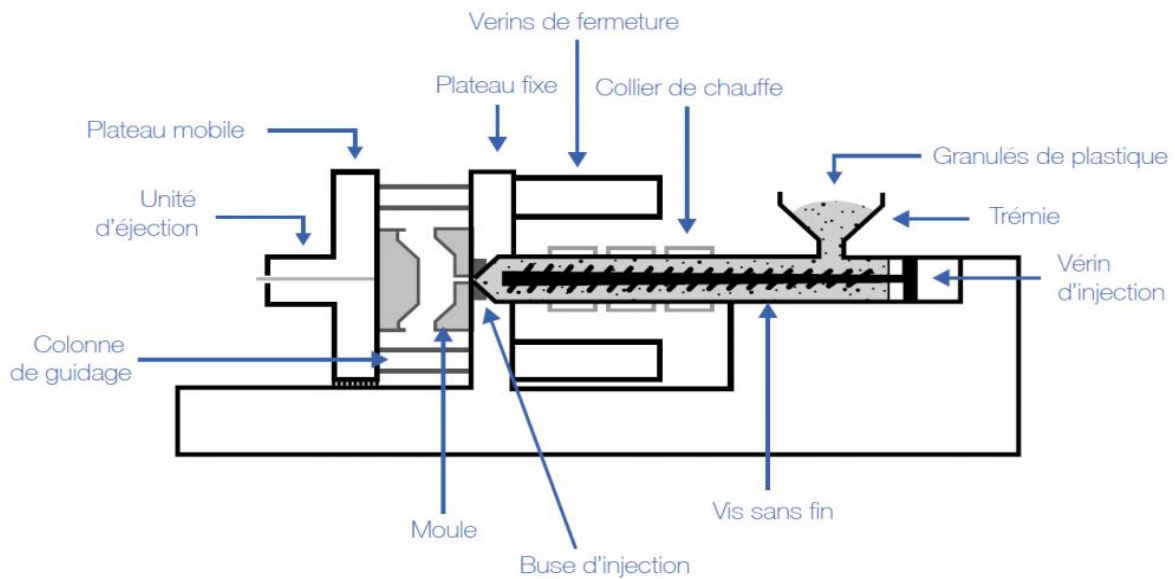


Figure I. 3 : Machine de moulage par injection.

- **Le transfert de la matière plastique :** C'est une opération qui permet le transfert de la matière plastifiée (PET), via un canal, du pot de transfert vers le pot d'injection avant son injection définitive dans le bloc chaud et empreintes du moule voir figure I.3.

I.4.2. Moulage par injection du PET

C'est une phase qui consiste, principalement, d'injecter la matière plastifiée du pot d'injection, via un piston, vers les canaux du bloc chaud et les empreintes du moule avec un taux de remplissage optimal (quantité injectée optimale) afin d'assurer un moulage et une bonne qualité des préformes.



Figure I. 4 : Moule pour les préforme en PET.

Le refroidissement est une étape qui commence juste après le maintien au niveau du moule. Un refroidissement optimal minimise la cristallisation, spécialement au point d'injection et de continuer le processus de retrait pour une extraction libre et facile au niveau des cavités et de donner plus de rigidité aux préformes pour résister aux forces d'éjection. L'éjection des préformes se fait, directement, après le refroidissement, car elle consiste à l'extraction de ces dernières à l'aide d'une plaque située au niveau du robot (figure I. 5).

Les préformes subissent un premier refroidissement très important dans le moule suivi d'un deuxième dans le robot qui se fait sur la surface extérieure uniquement.



Figure I. 5 : Robot de refroidissement des préformes.

I.5. Défauts courants des préformes engendrés par la transformation du PET

La transformation du PET (polyéthylène téréphtalate) en préformes, utilisées pour la fabrication de bouteilles, peut rencontrer plusieurs défauts. Ces problèmes peuvent survenir lors des étapes de séchage (humidité), d'extrusion (surchauffage), d'injection (dimensionnement) ou de refroidissement (cristallisation). Voici les défauts couramment observés (présence de bulles d'air, blanchiment, variation de couleur, bruleur, points noirs et matière dégradée), leurs causes et quelques solutions possibles :

➤ Bulles d'air

Le PET est hygroscopique et absorbe l'humidité de l'air. S'il n'est pas suffisamment séché avant transformation, l'humidité résiduelle provoque une hydrolyse, générant des bulles gazeuses (CO_2) ou des bulles d'air sur la paroi de la préforme voir la figure I.6.



Figure I. 6 : Bulle d'air sur la préforme.

Pour y remédier à ce problème, il faut un séchage optimal (4 à 6 heures à 160–180 °C pour le PET vierge), augmenter la contre-pression de la vis, vérifier le fonctionnement du séchoir et assurer que les valeurs correspondent aux spécifications de température.

➤ **Blanchiment**

Il s'agit d'une apparence blanche sur le corps de la préforme comme c'est indiqué sur la figure I.7.



Figure I. 7 : Blanchiment sur la préforme.

Ce blanchiment est dû au refroidissement trop lent dans le moule qui favorise une cristallisation excessive (idéalement entre 10 et 30 °C pour éviter la cristallisation).

➤ **Variation de couleur**

Une préforme ou certaines zones de la préforme sont moins colorées ou d'une couleur différente par rapport à la couleur de la préforme conforme (figure I.8).



Figure I. 8 : Variation de couleur de la préforme.

La variation de la couleur de la préforme non conforme est due à plusieurs facteurs comme une mauvaise préparation de mélange au cours du processus et le dysfonctionnement du colorateur. Pour y remédier à ce problème, il faut augmenter la contre-pression de la vis pour augmenter la pression de fusion, augmenter la vitesse de rotation de la vis, vérifier le dosage de colorant et le fonctionnement du colorateur.

➤ **Points noirs**

C'est l'apparition de particules ou trainées noires à l'intérieur de la préforme comme indiquée sur la figure I.9.



Figure I. 9 : Points noirs sur la préforme.

Les étrangères entrant dans le flux de résine, ou de matière fondue dégradée dans le cycle actuel, comme aussi à des résidus provenant des injections précédentes d'une autre matière. On peut l'attribuer à la contamination par d'autres plastiques ou poussières.

Pour y remédier à ce problème, plusieurs solutions sont envisagées : il faut vérifier l'alimentation en résine, vérifier l'aimant de la trémie et le tuyau d'arrivée de résine, ou

réduire la contre pression ou la vitesse de la vis, réduire la température de la pointe de buse ou des éléments chauffants du fourreau, ou purger complètement l'unité d'injection avant le démarrage.

➤ **Brûlure et matière dégradée**

On observe des zones brûlées sur la préforme qui présentent des zones fortement chauffées, des zones blanchies, dures (figure I.10).



Figure I. 10 : Préformes dégradées et brûlées.

Les brûlures et la matière dégradée sont dues à : température de séchage trop élevée ou temps de séchage trop long résolu par : réduire la température des busettes, réduire le temps de chauffe au démarrage, ou temps de séchage trop long. La surchauffe du PET dans la machine, le temps de séjour trop long dans le cylindre et la brûlure de la matière résiduelle. Pour résoudre ces problèmes, il faut purger complètement l'unité d'injection avant le démarrage.

I.6. Dégradation du PET

Comparé à plusieurs autres polymères, le PET présente une bonne stabilité thermique, ce qui lui permet d'être utilisé à des températures allant jusqu'à environ 150 °C, par exemple pour des barquettes compatibles avec les fours à micro-onde. Néanmoins, lorsqu'il est transformé à l'état fondu, le PET devient sensible à certaines réactions de dégradation. Celles-ci entraînent soit la coupure des chaînes moléculaires (dégradation), soit une réorganisation de la structure chimique (condensation)[10].

En plus de ces effets, d'autres phénomènes peuvent accentuer la dégradation du matériau, notamment l'hydrolyse si de l'humidité est présente dans le PET, ou l'oxydation en présence de l'oxygène dans les équipements de transformation comme les extrudeuses. Ces

mécanismes ont pour conséquence une détérioration progressive des propriétés du polymère, ce qui limite ses performances, notamment dans le cycle de recyclage. Ainsi, malgré sa stabilité thermique apparente, le PET reste vulnérable à plusieurs formes de dégradation lors de sa mise en œuvre. Parmi celles-ci, deux mécanismes majeurs méritent une attention particulière :

- La dégradation thermique, qui résulte d'une exposition excessive à la chaleur, et
- La dégradation par l'humidité, souvent sous-estimée, mais tout aussi dommageable.

I.6.1. Dégradation thermique

La dégradation thermique du PET se produit principalement par la rupture des chaînes macromoléculaires. Ce phénomène implique une scission au niveau des liaisons ester des chaînes, ce qui mène à la formation de groupes vinyliques terminaux. Ces derniers peuvent réagir avec des groupes alcooliques terminaux présents sur d'autres chaînes du PET, donnant ainsi lieu à la formation d'acétaldéhyde et à une nouvelle liaison ester les chaînes. Cette réaction est représentée dans la figure I.11.

En parallèle, des groupes carboxyles terminaux peuvent se former, dont l'hydrogène est particulièrement réactif, favorisant ainsi les réactions d'hydrolyse. Cette dernière est un facteur important dans la dégradation du matériau, car elle entraîne une réduction de la masse moléculaire du polymère et modifie ses propriétés physiques et chimiques [11].

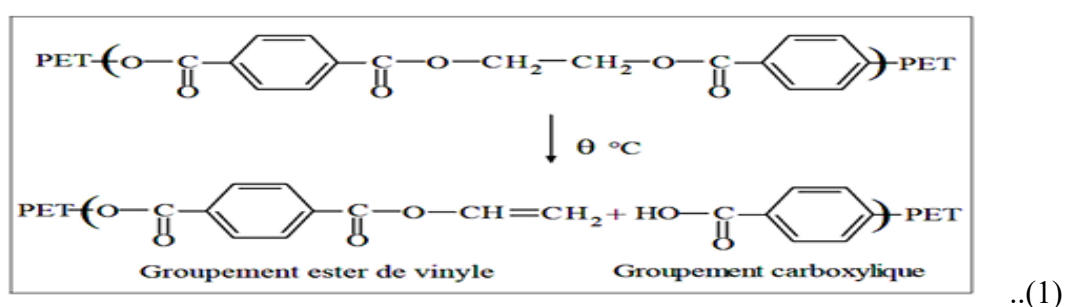


Figure I. 11 : Dégradation thermique du PET[11].

I.6.2. Dégradation par l'humidité

Bien que la structure moléculaire du PET lui confère d'excellentes propriétés, elle présente aussi un inconvénient majeur en présence de l'humidité (l'hydrolyse). Le PET est particulièrement vulnérable à la présence d'humidité ou d'alcool, car ces substances peuvent

attaquer les liaisons esters. Conduisent à des sessions de chaines formant des groupes terminaux comme des acides carboxyliques, des hydroxyles et certains ester, notamment des ester vinyliques, il a été démontré qu'une simple teneur en eau à 0,02 % peut suffire à déclencher cette dégradation. Pour cette raison, il est fortement recommandé de maintenir une teneur en eau inférieure à 0,02 % dans les granulés du PET afin de préserver leurs performances[8].

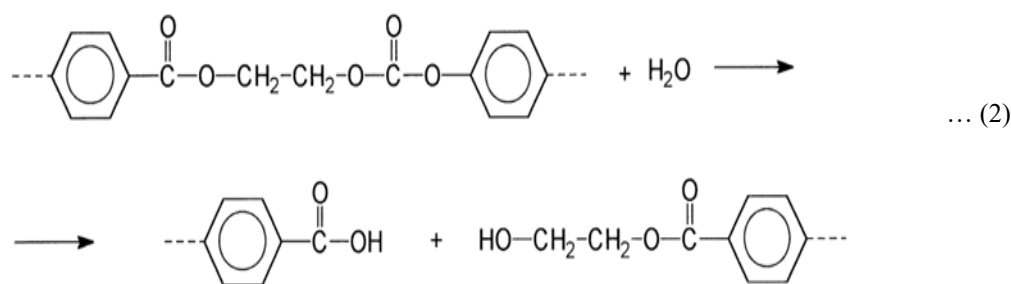


Figure I. 12 : Réaction de l'hydrolyse du PET.

I.7. Propriétés du PET

Le poly (éthylène téréphtalate) (PET) est un polymère thermoplastique largement utilisé dans l'industrie, notamment en raison de sa facilité de mise en œuvre. Il nécessite peu d'additifs lors de son traitement, ce qui en fait un matériau économiquement et techniquement avantageux. Lors du procédé d'extrusion, des copolymères tels que le diéthylène glycol (DEG), l'acide isophtalique (IST) ou le cyclohexanediméthanol (CHDM) peuvent être incorporés afin de limiter la cristallisation statique du matériau. Phénomène susceptible d'altérer ses propriétés optiques et mécaniques.

Il est doté d'excellentes propriétés thermiques, mécaniques, de barrière aux gaz et de résistance chimique. Il est incassable et recyclable [7].

I.7.1. Propriétés mécaniques du PET

Le PET se distingue par une bonne rigidité et une excellente résistance à la traction, avec une résistance typique allant de 50 à 75 MPa et un module de Young d'environ 2,8 GPa voir la figure I.13. En fonction du taux de cristallinité, son allongement à la rupture peut varier entre 30 % et 150 %, permettant une bonne absorption d'énergie. Ces performances

mécaniques rendent le PET adapté à la fabrication de bouteilles sous pression, fibres textiles et composants moulés[14].

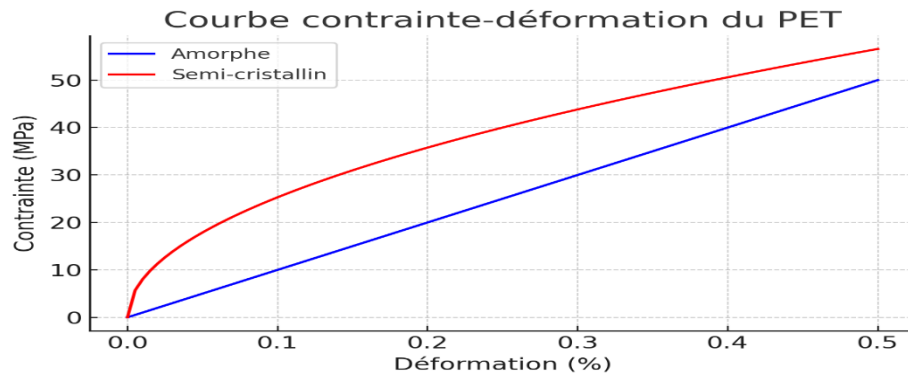


Figure I. 13 : Courbe contrainte-déformation du PET amorphe vs cristallin [14].

I.7.2. Propriétés thermiques du PET

Le PET présente une température de transition vitreuse (T_g) comprise entre 70 et 80 °C, et une température de fusion (T_m) entre 250 et 260 °C. La cristallinité influence fortement la stabilité thermique : les formes semi-cristallines supportent jusqu'à 150 °C, alors que les formes amorphes sont plus sensibles à la chaleur. Ces caractéristiques permettent l'utilisation du PET dans des contenants chauffables au micro-ondes ou dans des applications industrielles[15].

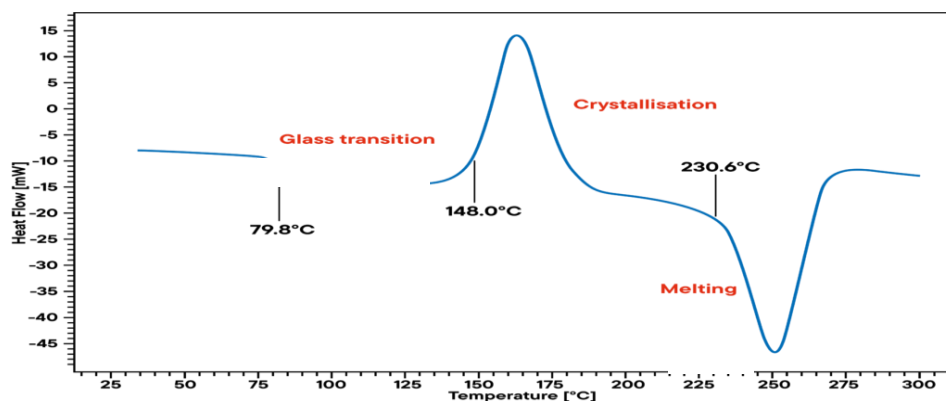


Figure I. 14 : Thermogramme DSC typique du PET [15].

I.7.3. Propriétés barrières du PET

Le PET offre une excellente barrière à l'oxygène (O_2) et au dioxyde de carbone (CO_2), ce qui le rend idéal pour les emballages alimentaires et les boissons gazeuses. En revanche, sa

perméabilité à la vapeur d'eau est modérée. Ces propriétés barrières peuvent être renforcées par des traitements multicouches ou des revêtements barrières [16].

I.7.4. Propriétés chimiques du PET

Chimiquement, le PET est résistant aux acides dilués, aux graisses et à de nombreux solvants organiques. Cependant, il est sensible aux bases fortes et à l'hydrolyse en présence d'eau à haute température, phénomène critique en transformation. Cette sensibilité impose un séchage préalable des granules pour éviter une dégradation moléculaire pendant le moulage [16].

I.7.5. Propriétés rhéologiques du PET

À l'état fondu, le PET présente un comportement viscoélastique non Newtonien. Sa viscosité diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement (rhéo-fluidification). Ce comportement dépend du poids moléculaire, de la température, et des conditions de transformation. Une mauvaise maîtrise de ces paramètres peut entraîner une dégradation thermique, un brunissement ou une mauvaise qualité des pièces moulées [17].



Figure I. 15 : Courbe de viscosité du PET en fonction du cisaillement [17].

I.8. Domaines d'application du PET

Il est utilisé dans divers domaines d'application comme l'emballage, le textile, les films agricoles, etc.

Le PET (polytéréphtalate d'éthylène) s'est d'abord développé dans le domaine du textile, notamment pour la fabrication de fils et de fibres, ainsi que dans celui des films plastiques utilisés pour l'emballage, les arts graphiques, la photographie, ou encore les cassettes audio et vidéo. Par la suite, il a trouvé sa place dans des applications industrielles, telles que les bandes transporteuses, les renforts pour pneumatiques ou les tissus destinés à la

sérigraphie. Aujourd'hui, le PET est de plus en plus utilisé dans la fabrication de corps creux, notamment dans le secteur de l'emballage alimentaire, grâce à une maîtrise avancée de la cristallisation, tant au niveau de la cinétique que de la morphologie cristalline. Cette maîtrise permet de concilier des propriétés essentielles telles que la transparence, la résistance mécanique, la stabilité thermique et la légèreté. Le PET est ainsi devenu un matériau de choix pour la fabrication de bouteilles destinées aux eaux minérales, sodas, jus de fruits, boissons énergétiques, laits et autres liquides alimentaires. Il est également utilisé pour les pots de yaourt, les barquettes de plats cuisinés, les emballages mono-portions, les flacons de sauces ou encore les contenants d'huiles alimentaires. Ces produits à courte durée d'utilisation provoquent des déchets dans l'environnement et par conséquent la nécessité de recycler ces matériaux[13].

I.9. Recyclage du PET

Dans le cadre de la sécurité alimentaire liée à l'usage du PET recyclé, Franz a réalisé une enquête à l'échelle européenne sur les niveaux de contamination présents dans le PET post-consommation. L'objectif de cette étude était d'évaluer si ce matériau, une fois recyclé, pouvait être réutilisé dans des applications en contact direct avec les aliments, tout en respectant les normes sanitaires [19].

Pour cela, des échantillons du PET usagé provenant de différentes sources européennes ont été analysés afin d'identifier les contaminants présents, notamment les résidus chimiques tels que les solvants, plastifiants ou composés organiques volatils. Les résultats ont montré que, bien que des traces de contamination soient détectées, les concentrations restaient généralement en dessous des seuils réglementaires, à condition que le processus de recyclage inclue un traitement de décontamination efficace.

L'étude conclut que le PET recyclé peut être utilisé, même à 100 %, dans les emballages alimentaires, à condition que les conditions de traitement soient strictement contrôlées. Ce travail a d'ailleurs servi de référence pour établir les recommandations actuelles de European Food Safety Authority (EFSA) concernant l'usage du PET recyclé dans l'industrie alimentaire [12].

Chapitre II

Matériels et méthodes

Chapitre II

Matériels et méthodes

Dans ce chapitre, d'une part, nous présentons brièvement le lieu de notre stage SARL Général Plast. D'autre part, nous présentons les matériaux utilisés (PET et leurs additifs) par cette entreprise pour fabriquer les préformes destinées à l'emballage alimentaire ainsi que les méthodes de caractérisation utilisées pour suivre la qualité des préformes.

II.1. Présentation de l'organisme d'accueil Général Plast (GP)

Dans un premier temps, nous aborderons les informations générales concernant l'entreprise d'accueil, à savoir Général Plast. Cela inclut sa localisation géographique, son historique, sa fiche technique, ses installations et équipements, ainsi que ses gammes de produits et objectifs.

II.1.1.Situation géographique

Général Plast est l'une des filiales du Groupe IFRI, elle est sise à la zone industrielle TAHARACHT, Commune D'AKBOU sur la route nationale N°26, Wilaya de Bejaia. Elle est entourée par les deux autres filiales du Groupe IFRI, à savoir, l'unité de soda et IFRUIT unité des jus fuités et également la SARL laiterie SOUMMAM. La figure II.1 montre la position géographique de l'entreprise.



Figure II. 1 : Situation géographique de SARL Générale Plast.

II.1.2. Historique et présentation de la SARL Général Plast

Général Plast est une propriété privée, elle a été créée en avril 1999 par IBRAHIM Laïd et fils. L'unité de fabrication s'étale sur une superficie de 8000m² dont 4000 m² couvertes.

L'entreprise est spécialisée dans la transformation des matières plastiques, à savoir le PET et le PEHD pour la fabrication, respectivement, des préformes et capsules ayant des formats, des couleurs et des grammages différents.

Aujourd'hui et vue de la diversité des produits finis (plusieurs articles), les produits de General Plast sont orientés vers les deux marchés national et international car elle compte parmi ces clients des clients locaux, potentiellement, les autres filiales du Groupe IFRI et autres tels que la LAITERIE SOUMMAM, LAITERIE HODNA, TEXANNA, RIF et STAR Boissons...etc. également des clients étrangers notamment en France et en Tunisie.

II.1.3. Installations et équipements

Général Plast comporte deux sites, à savoir le premier où se trouvait l'unité de fabrication des Bouchons et où se localise actuellement la Direction Générale, Control de Gestion, les Services des Ressources Humaines, Commercial, Comptabilité, Achats, Informatique et MGX. Un second site où elle est installée actuellement l'unité de fabrication des Préformes et qui comporte les ateliers de Production, Maintenance, Magasins de pièces de rechanges ainsi celui de Stockage des produits fins et enfin un laboratoire d'analyses et de contrôles.

Général Plast s'est dotée d'équipements de technologie de pointe à savoir, 16 presses Husky dont 4 presses de dernière génération, dont 11 sont équipées de moules de 72 et 96 cavités et qui sont utilisées dans l'injection de la préforme en PET et 05 qui sont utilisées dans l'injection des bouchons en PEHD. Ces presses sont également reliées par un système de Gestion de la Production Assistée par Ordinateur (G. P. A. O).

A cet effet, Général Plast dispose d'une capacité de production à même de répondre, dans les délais requis, à la demande de la clientèle. Les produits sont contrôlés et garantis par le laboratoire de contrôle de la qualité qui veille à leur conformité.

II.1.4. Objectifs de la SARL Générale Plast

La SARL Général Plast s'est fixée plusieurs objectifs stratégiques dans le cadre de son développement. Tout d'abord, elle cherche à améliorer continuellement ses performances, tant sur le plan industriel qu'organisationnel, afin de renforcer son efficacité et sa productivité. Elle vise également un accroissement économique et social, à travers la création de valeur, le développement de l'emploi et la contribution à l'économie locale. Consciente des enjeux

environnementaux actuels, Général Plast accorde une importance particulière à la réduction des impacts de ses activités sur l'environnement, en adoptant des pratiques de production plus respectueuses et durables. Par ailleurs, l'entreprise œuvre à garantir la qualité et la compétitivité de ses produits, dans un marché de plus en plus exigeant, tant au niveau national qu'international. Enfin, elle attache une grande importance à ses relations professionnelles, en entretenant des partenariats solides, transparents et durables avec ses clients, fournisseurs et autres parties prenantes.

II.2. Matériaux

II.2.1. Polytéréphtalate d'éthylène (PET)

Le PET utilisé par Général Plast est de marque OCTAL Petrochemicals LLC FZC qui est fabriqué en Salalah, Sultanate de Oman. Il se distingue par plusieurs avantages notables : une excellente transparence, une bonne rigidité, une résistance élevée à la traction, ainsi qu'une grande légèreté. Il offre également une très bonne barrière à l'eau et aux gaz, ce qui en fait un choix privilégié pour de nombreuses applications, notamment dans le domaine de l'emballage. Il répond aussi aux exigences environnementales actuelles, et absorbe l'humidité atmosphérique, à savoir l'eau de l'air ambiant, son étuvage est une solution très utilisée en industrie pour obtenir une bonne qualité des produits. Quelques caractéristiques du PET sont données dans le tableau II.1.

Tableau II. 1: Quelques caractéristiques du PET.

Paramètre	Valeur
Forme	Granulés transparents
Couleur	Incolore
Densité	$\sim 1,38 \text{ g/cm}^3$
Température de fusion	$\sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$

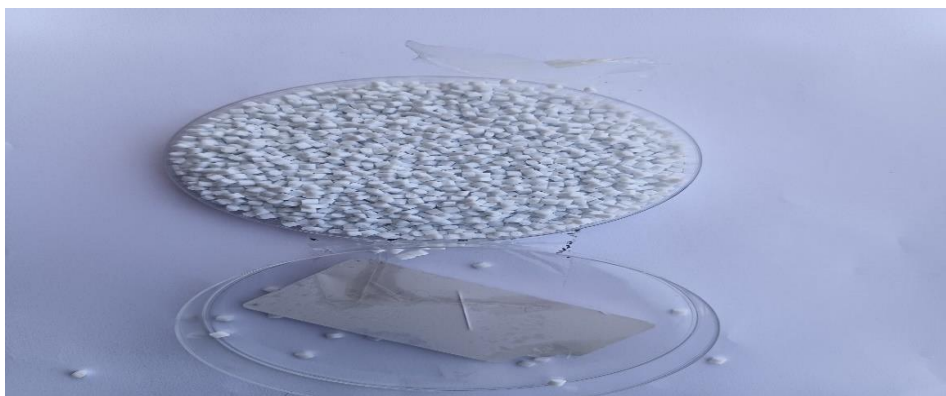


Figure II. 2 : Polytéréphtalate d'éthylène (PET).

II.2.2. Additifs

II.2.2.1. Colorants

Les colorant utilisés se présentent généralement sous forme de masterbâches (granulés concentrés) ou de poudres de marque Clariant®, fabriqués en Allemagne. Les colorants utilisés pour la coloration du PET, peuvent-être des colorants organiques ou de pigments inorganiques, spécialement formulés pour assurer une compatibilité optimale avec la matrice polymère du PET. Ces colorants sont principalement employés pour la teinture des bouteilles ou fibres PET, dans des teintes variées telles que le bleu ou le vert. Le dosage typique varie entre 0,1 % et 2 %, selon l'intensité de coloration souhaitée. Ils présentent une bonne dispersion, une résistance thermique adaptée aux températures d'extrusion, et, pour les usages alimentaires, une non-toxicité certifiée.



Figure II. 3 : Colorant de master bâches sous forme de granulés.

II.2.1.3. Anti-UV

Dans notre travail, l'additif utilisé comme anti-UV est de marque BASF Tinuvin®, fabriqué en Suisse. Il se présente sous forme liquide ou granulé. Son rôle est de protéger le produit contre la dégradation due aux rayons ultraviolets, un phénomène courant lorsque le produit est exposé à la lumière du soleil (bouteille d'huile, boisson minérale ou gazeuse, emballage cosmétique, fibres textiles destinées à un usage extérieur, etc.). Les types les plus courants incluent les absorbeurs UV, notamment à base de benzophénones ou de benzotriazoles. Le dosage recommandé varie généralement entre 0,2 % et 1 %. Ces additifs permettent de prévenir la perte de transparence, le jaunissement, et contribuent à maintenir les propriétés mécaniques du PET tout en prolongeant la durée de vie du produit final.



Figure II. 4 : Anti UV.

II.3. Méthodes de caractérisation de la préforme

Déférentes méthodes de caractérisation sont utilisées afin de suivre la conformité de préforme fabriqué au niveau de Général Plast à savoir : contrôle pondéral, contrôle géométrique, contrôle spécifique, mesure polariscope, colorimètre et détermination du taux d'acétaldéhyde dans le PET.

II.3.1. Contrôle pondéral

Le contrôle de poids des préforme se fait à l'aide d'une balance analytique de précision, il est exprimé en gramme (gr).



Figure II. 5 : Balance analytique.

On a suivi les étapes suivantes pour déterminer la masse moyenne de préforme :

Les trois échantillons de même type de préforme sont pesés à l'aide d'une balance analytique de haute précision ($\pm 0,01\text{g}$). Le calcul de poids moyen est donné par l'expression suivante :

$$\text{Poids moyen} = \frac{\text{le poids total d'une moulée}}{\text{nombre de cavités de la moulée}}$$

II.3.2. Contrôle géométrique

La forme et la dimension correctes des préformes sont contrôlées par un contrôle géométrique à savoir : mesure de la hauteur et mesure de diamètre.

II.3.2.1. Mesure de la hauteur

La mesure de la hauteur de préforme est réalisée à l'aide d'indicateur numérique de hauteur de marque HG-300. Il est utilisé principalement pour le contrôle des paramètres géométriques des cavités de moule, il permet une lecture directe et fiable des mesures en millimètres sur un écran LCD, garantissant ainsi une vérification rapide et efficace des dimensions.

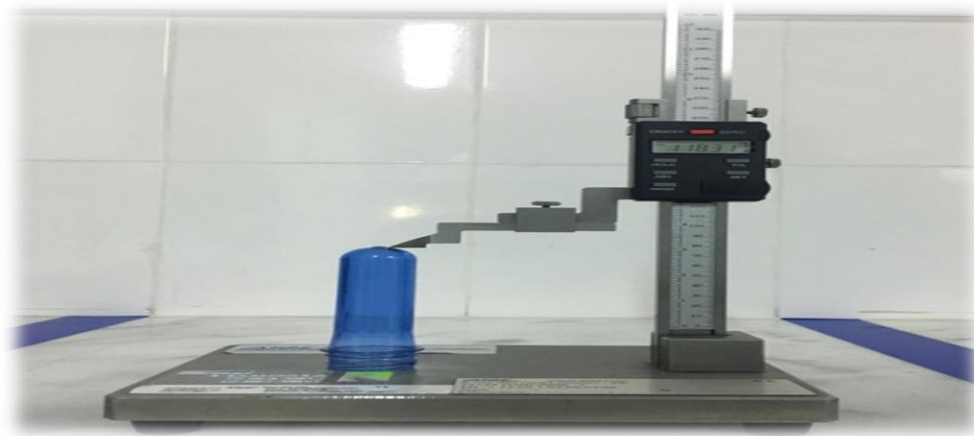


Figure II. 6 : Indicateur numérique de hauteur HG-300.

On a suivi les étapes suivantes pour mesurer la hauteur de préforme :

- Faire descendre la griffe sur la plate-forme.
- Appuyer sur le bouton « Off/On/Zéro » pour remettre l'indicateur numérique à zéro.
- Glisser la griffe à une hauteur supérieure par rapport à l'échantillon puis poser ce dernier sous la griffe.
- Glisser la griffe vers le bas jusqu'à ce que cette dernière touche le sommet de l'échantillon.

II.3.2.2. Mesure du diamètre intérieur et extérieur

Le contrôle de la mesure du diamètre intérieur et extérieur d'une préforme en PET est réalisé, à l'aide d'un pied à coulisse en mesurant les diamètres extérieur et intérieur de la collerette.



Figure II. 7 : Mesure de diamètre intérieur et extérieure de préforme par pied à coulisse.

Pour mesurer la géométrie des cavités, on a suivi les étapes suivantes :

- Saisir la préforme à la main, collerette orientée vers le haut.
- Mesurer d'abord le diamètre extérieur (Dext):
 - Utiliser les mors externes du pied à coulisse.
 - Placer les mors sur le bord extérieur de la collerette.
 - Lire et noter la valeur Dext.
- Sans reposer la préforme, enchaîner avec la mesure du diamètre intérieur :
 - Utiliser les mors internes du pied à coulisse.
 - Insérer délicatement dans l'ouverture intérieure de la collerette.
 - Lire et noter la valeur Dint.

II.3.3. Contrôles spécifiques

II.3.3.1. Mesure d'épaisseur des préformes

La mesure de l'épaisseur des préformes a été effectuée à l'aide d'un comparateur digital monté sur un support spécifique de marque AT2E. Cet appareil, conçu pour le contrôle dimensionnel de préforme, permet une lecture directe, précise et rapide de l'épaisseur de la paroi de la préforme. Comme illustré sur la figure ci-dessous, la préforme est placée entre deux points de contact, et l'épaisseur est automatiquement affichée sur un écran numérique à affichage LCD.

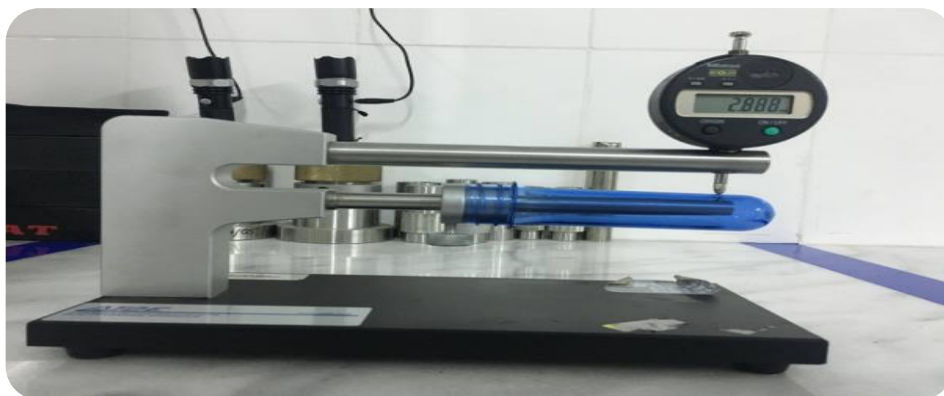


Figure II. 8 : Comparateur digital AT2E.

On a suivi les étapes suivantes pour mesurer l'épaisseur de la préforme.

- Préparation de l'appareil
 - Allumer le comparateur digital (marque AT2E).

- Vérifier que l'appareil est correctement calibré à zéro avant toute mesure.
- Nettoyer les surfaces de contact pour éviter les erreurs de lecture.
- Positionnement de la préforme
 - Placer la préforme horizontalement entre les deux points de mesure de l'appareil.
 - S'assurer qu'elle est bien alignée pour éviter toute inclinaison ou biais.
- Mesure de l'épaisseur
 - Abaisser doucement le palpeur mobile jusqu'à ce qu'il touche la surface de la préforme sans forcer.
 - Lire directement la valeur de l'épaisseur sur l'écran digital.
- Répétition du test
 - Répéter la mesure sur plusieurs zones de la même préforme si nécessaire pour vérifier l'uniformité.
 - Effectuer la même procédure sur au moins trois échantillons pour garantir la représentativité.
- Enregistrement des résultats

II.3.3.2 Mesure de perpendicularité

La mesure de la perpendicularité est réalisée à l'aide d'un comparateur digital de marque AT2E, monté sur un support vertical de contrôle. Cet appareil permet de vérifier l'alignement de l'axe de la préforme par rapport à sa base, en mesurant l'écart de planéité sur 360°. Ce contrôle est essentiel pour s'assurer que la base de la préforme est bien perpendiculaire à son axe, garantissant une bonne stabilité lors du soufflage et une répartition homogène de la matière.



Figure II. 9 : Appareil de mesure de la perpendicularité des préformes « PPG-D ».

Nous suivent ces étapes suivantes pour mesure de la perpendicularité de la préforme :

- Nettoyage : S'assurer que la préforme est propre, sans poussière ou huile.
- Positionnement : Placer la préforme verticalement sur le socle de l'appareil, base contre la surface de référence.
- Réglage : Ajuster les comparateurs digitaux (haut et bas) pour qu'ils touchent doucement les flancs de la préforme.
- Mesure : Lire la valeur affichée sur les comparateurs. La différence entre les deux indique l'écart de perpendicularité.
- Comparaison : Vérifier si l'écart mesuré respecte la tolérance définie dans les normes (par ex. ≤ 1.00 mm).
- Enregistrement : Noter la valeur dans la fiche de contrôle qualité.

II.3.3.3. Mesure de couple d'ouverture /fermeture

Nous utilisons pour faire la mesure de couple de serrage-desserrage de marque TMV5 pour capsules et point de rupture de la bague d'inviolabilité et mesure de la force à exercer lors du vissage ou dévissage d'un bouchon.

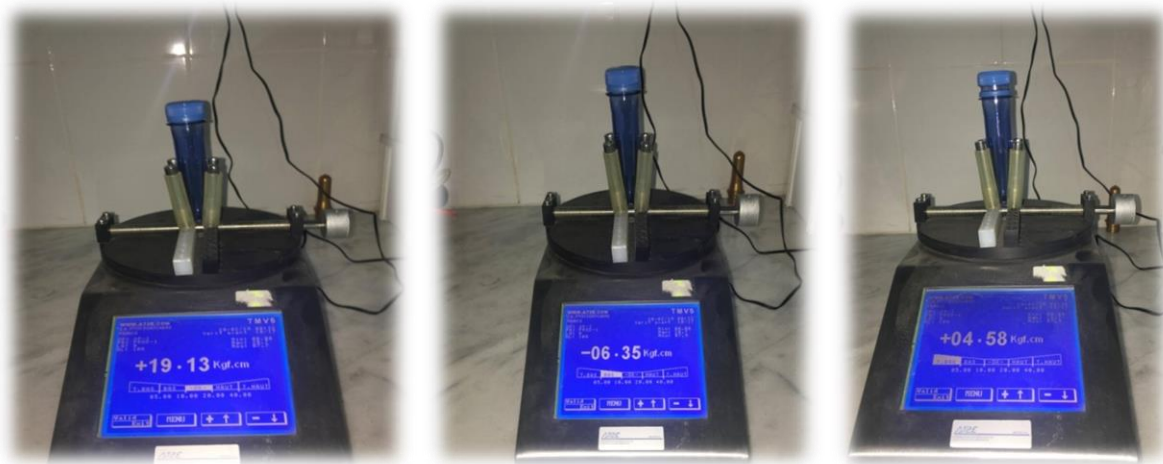


Figure II. 10: Couple – mètre TMV5.

Les étapes suivies sont énumérées ci-dessous :

- Choisir la préforme qui correspond au type de bouchon à tester.
- Fixer la préforme au niveau de plateau de fixation et serrer les mandrins à l'aide de manivelle.
- Remettre à zéro l'affichage par une touche « ENTER/EXIT »

- Placer le bouchon sur la préforme.
- Exercer une force de vissage et dévissage sur le bouchon.
- Desserrer le mandrin et retirer l'échantillon testé, puis répéter l'opération pour l'échantillon suivant.

II.3.4. Analyse sous polariscope

L'analyse sous polariscope est réalisée à l'aide d'un dispositif optique permettant de détecter les contraintes internes présentes dans les préformes en plastique. En exposant la préforme à une lumière polarisée, il devient possible de visualiser des zones de tension sous forme de franges colorées ou de lignes, révélant ainsi d'éventuels défauts internes. Pour une évaluation complète, l'observation est effectuée selon trois angles d'incidence : 45°, 90° et 180°. Cet outil permet d'identifier les tensions résiduelles susceptibles de provoquer des déformations ou des ruptures lors du processus de soufflage, garantissant ainsi la fiabilité et la qualité des préformes avant leur transformation en bouteilles.



Figure II. 11 : Polariscope

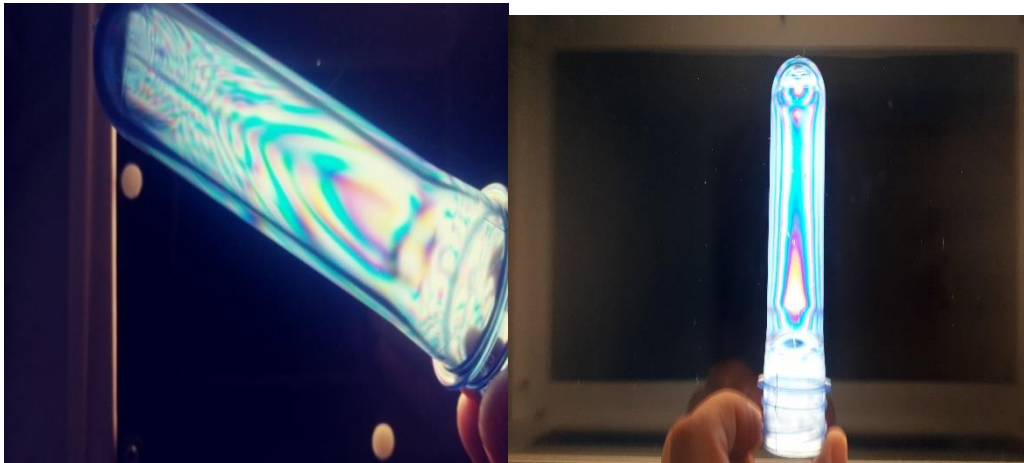


Figure II. 12 : Polarité d'une préforme.

Les préforme sont exposées à une lumière polarisée avec un angle de 45° , 90° et 180° .

II.3.5. Analyse colorimétrique

L'analyse colorimétrique des préformes est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre modèle Konica Minolta CM-5, un appareil de haute précision permettant de mesurer l'absorbance et la réflexion de la lumière par la matière plastique. Cet équipement permet de déterminer les paramètres colorimétriques selon les axes L^* , a^* et b^* définis comme suit :

L^* : luminosité (0 = noir, 100 = blanc),

- Valeur entre 0 (noir) et 100 (blanc), elle indique la clarté ou la noirceur de la couleur exemple :
 - $L^* = 0$: noir pur
 - $L^* = 100$: blanc pur

a^* : teinte allant du vert (-) au rouge (+), Teinte verte $\rightleftharpoons$ rouge

- Valeur positive = teinte rouge, valeur négative = teinte verte exemple :
 - $a^* = +5 \rightarrow$ légèrement rougeâtre
 - $a^* = -5 \rightarrow$ légèrement verdâtre

b^* : teinte allant du bleu (-) au jaune (+). Teinte bleue $\rightleftharpoons$ jaune

- Valeur positive = teinte jaune, valeur négative = teinte bleue exemple :
 - $b^* = +10 \rightarrow$ couleur tend vers le jaune
 - $b^* = -10 \rightarrow$ couleur tend vers le bleu.



Figure II. 13 : Spectrophotomètre « Konica Minolta CM-5 ».

Avant chaque mesure, l'appareil est calibré à l'aide d'un carreau blanc de référence pour garantir la fiabilité des résultats. Cette méthode permet de vérifier la conformité de la couleur des préformes, en détectant toute variation pouvant indiquer une contamination, une dégradation thermique ou un défaut de matière première, pourquoi c'est important : Une préforme trop foncée ou colorée peut ne pas être acceptée par le client (ex : bouteille d'eau doit être transparente).

Les étapes à suivre sont les suivantes :

- Préparation de l'échantillon :
Nettoyer soigneusement la surface de la préforme à analyser pour éliminer toute poussière ou trace pouvant fausser la mesure ;
- Nettoyage de l'instrument :
Vérifier que l'ouverture de mesure du spectrophotomètre et le carreau de référence blanc sont propres. En cas de protection par cache, s'assurer qu'il est bien retiré ;
- Calibrage de l'appareil :
 - Placer le carreau blanc de référence sur le support ;
 - Positionner l'ouverture du spectrophotomètre en contact direct avec le carreau ;
 - Lancer le calibrage du point blanc pour corriger toute dérive instrumentale.
- Sélection du mode de mesure :
Choisir le mode de mesure approprié (réflexion ou transmission selon l'épaisseur et la transparence de la préforme).
- Insertion de l'échantillon :
Placer la préforme dans le support prévu, en s'assurant d'un bon alignement.

- Lancement de la mesure :
Appuyer sur le bouton de lecture pour obtenir les valeurs L^* (luminosité), a^* (teinte vert/rouge), et b^* (teinte bleu/jaune).
- Comparaison avec la valeur de référence (échantillon témoin) :
Les valeurs mesurées sont comparées à la tolérance fixée par le fabricant (souvent $\Delta E \leq 0.1$) pour juger de la conformité.
- Enregistrement et interprétation des résultats :
Les résultats sont sauvegardés et intégrés dans le tableau de contrôle qualité.

II.3.6. Détermination du taux d'acétaldéhyde dans le PET

L'acétaldéhyde provient principalement du PET lui-même, notamment lorsqu'il est soumis à de hautes températures pendant les étapes de séchage, d'extrusion ou d'injection. C'est un sous-produit de la dégradation thermique de l'éthylène glycol, un des composants du PET.

Cependant, même à température ambiante, une préforme non chauffée peut libérer de faibles quantités d'acétaldéhyde, car des résidus restent présents après la fabrication. Bien que l'acétaldéhyde ne soit pas toxique à faible dose, il peut altérer le goût des boissons, en particulier de l'eau.

La détermination du taux d'acétaldéhyde (AA) est réalisée à l'aide d'un analyseur spécifique marque Pevon, conçu pour mesurer automatiquement la quantité d'AA libérée par les préformes en PET. Ce dispositif fonctionne selon un principe de chromatographie en phase gazeuse, dans lequel l'échantillon est soumis à un traitement thermique afin de libérer les composés volatils, dont l'acétaldéhyde. Ces composés sont ensuite transportés par un gaz vecteur à travers une colonne contenant un absorbant, permettant leur séparation et détection sous forme de pics. Cette analyse est essentielle, car un taux élevé d'AA peut altérer le goût et l'odeur de l'eau ou des boissons contenues dans les bouteilles, nuisant à la qualité du produit final.



Figure II. 14 : Analyseur d'acétaldéhyde Pevon.

Nous suivons les étapes suivantes pour déterminer le taux d'AA :

- Allumage de l'analyseur : Mise en marche de l'appareil ; l'écran de veille s'affiche automatiquement.
- Accès à l'écran principal : Appuyer sur la touche F1 pour entrer dans le menu principal de commande.
- Paramétrage des données : À l'aide des touches Up/Down, sélectionner et modifier les paramètres nécessaires tels que le code de la préforme, le poids, ainsi que la surface d'exposition.
- Insertion de l'échantillon : Placer la préforme dans la chambre d'analyse prévue à cet effet.
- Lancement du cycle de mesure : Le système chauffe l'échantillon afin de libérer l'AA, qui est ensuite entraîné dans une colonne par un gaz vecteur.
- Détection et lecture : L'appareil sépare les composés et affiche les résultats sous forme de pics sur le chromatogramme, exprimant la concentration en ppm (parties par million).
- Enregistrement des données : Les résultats sont enregistrés automatiquement pour permettre la traçabilité et l'exploitation des données.

Chapitre III

Résultats

et

Discussions

Chapitre III

Résultats et discussion

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats des différents contrôle qualité effectués sur les préformes fabriqués au niveau de Général Plast ainsi que leurs interprétations.

III.1. Résultats des mesures pondérales et dimensionnelles des préformes

Le tableau III.1 présente les résultats de contrôle qualité pour 4 paramètres clés (poids moyen, hauteur, diamètres intérieur et extérieur) sur trois échantillons de préformes, comparés à une norme de référence exigée par Générale Plast.

D'après les résultats du tableau III.1, on enregistre que tous les préformes (28,94 g, 29,00 g, 28,94 g) sont parfaitement conformes. La moyenne pondérale de 28,96 g des trois préformes avec un très faible écart type de 0,028 g est située dans la plage [28,45 ; 29,05 g] exigée par la norme de Générale Plast, ce qui indique une grande stabilité du process d'injection et un dosage précis de la matière. Un processus de fabrication bien maîtrisé.

Tableau III. 1 : Résultats des mesures pondérales et dimensionnelles des préformes.

Contrôle	Préforme 1	Préforme 2	Préforme 3	Moyenne	Norme (Général Plast)	Conformité
Poids (g)	28,94	29,00	28,94	$28,96 \pm 0,028$	$28,75 \pm 0,30$ → [28,45 ; 29,05]	Conforme
Hauteur (mm)	118,43	118,38	118,44	$118,41 \pm 0,027$	$118,15 \pm 0,5$ → [117,65 ; 118,65]	Conforme
Diamètre intérieur (mm)	25,18	25,11	25,16	$25,15 \pm 0,029$	$25,10 \pm 0,1$ → [25,00 ; 25,20]	Conforme
Diamètre extérieur (mm)	29,99	30,06	29,97	$30,00 \pm 0,039$	$30,00 \pm 0,15$ → [29,85 ; 30,15]	Conforme

On note aussi que les valeurs de la hauteur des préformes (118,43 mm, 118,38 mm, 118,44 mm) sont dans la plage de tolérance [117,65 mm – 118,65 mm] et ils sont conformes à la norme exigée par l'entreprise, signe d'un excellent contrôle.

Une hauteur constante est cruciale pour assurer la compatibilité des préformes avec les moules de soufflage et garantir une bonne uniformité du col de bouteille.

On enregistre aussi une moyenne du diamètre intérieur de 25,15 mm pour les trois préformes qui est située dans la plage de la norme [25,00 mm – 25,20 mm] exigée par l'entreprise. Bien que les valeurs restent dans les tolérances, certaines approchent la limite supérieure (25,18 mm). Cela pourrait indiquer une tendance à la dérive vers le haut qu'il conviendrait de surveiller dans le temps. L'écart type reste faible ($\pm 0,029$ mm), témoignant d'une bonne précision, mais la stabilité thermique du moule ou la pression d'injection pourraient être des paramètres à ajuster pour recentrer le processus autour de la valeur cible.

La moyenne du diamètre extérieur est de 30,00 mm, parfaitement alignée avec la norme ($30,00 \pm 0,15$ mm). Les trois mesures (29,99 mm, 30,06 mm, 29,97 mm) sont bien réparties autour de cette cible, avec un écart type de $\pm 0,039$ mm. Cela traduit par une conformité des préformes d'où la stabilité et la reproductibilité du processus de fabrication [19].

III.2. Résultats de Contrôles spécifiques (épaisseur et perpendicularité)

Le tableau III.2 présente deux paramètres critiques pour la qualité des préformes en PET : l'épaisseur de la paroi et la perpendicularité. Les résultats affichés sur le tableau III.2 montrent que les trois préformes sont conformes mais présentent une dispersion notable de l'ordre 0,11 mm entre les extrêmes.

Une dispersion importante peut indiquer des variations dans le processus d'injection (pression, température, refroidissement).

Une épaisseur homogène est cruciale pour éviter les défauts lors du soufflage (zones faibles, fuites, plis).

Tableau III. 2 : Résultats d'analyse de la mesure d'épaisseur et de la perpendicularité.

Paramètre	Préforme 1	Préforme 2	Préforme 3	Moyenne	Norme Général PLAST	Conformité
Épaisseur (mm)	2,77	2,72	2,66	$2,7 \pm 0,14$	2,77	Conforme
Perpendicularité (mm)	0,02	0,03	0,01	$0,02 \pm 0,008$	$\leq 1,00$ mm	Conforme

Les valeurs mesurées pour l'épaisseur des échantillons sont : 2,77 mm pour l'échantillon 1, 2,72 mm pour l'échantillon 2 et 2,66 mm pour l'échantillon 3. La moyenne obtenue est de 2,71 mm, ce qui reste dans la plage de tolérance définie par Général PLAST ($2,77 \pm 0,14$ mm,

soit un intervalle acceptable entre 2,63 mm et 2,91 mm). Cette légère variation d'épaisseur est normale et attendue en production industrielle,

L'uniformité relative des valeurs indique que la répartition de la matière dans le moule est bien maîtrisée, Une épaisseur homogène est cruciale pour éviter les défauts lors du soufflage (zones faibles, fuites, plis)[19].

Les résultats de la perpendicularité sont extrêmement faibles : 0,02 mm, 0,03 mm, et 0,01 mm pour les trois échantillons, la moyenne est de 0,02 mm, largement inférieure à la limite maximale fixée à 1,00 mm. Cela démontre une excellente précision dans l'alignement des préformes, Une perpendicularité correcte est essentielle pour :

- Assurer une position stable dans les moules de soufflage,
- Prévenir les inclinaisons de col ou de fond,
- Faciliter le capsulage et le transport sur ligne de production.

III.3. Résultats de contrôle optique sous polariscope

Le test sous polariscope a été réalisé sur trois échantillons de préformes en PET à trois angles différents (45°, 90° et 180°). Les observations ont permis de visualiser les franges isoclinique (ligne noire rectiligne) et isochromatique (franges colorées).

Tableau III. 3 : Résultats des tests sous polariscope à 45°, 90° et 180°.

	Préforme 1	Préforme 2	Préforme 3	Isoclinique/ Isochromatique
Test à 45°	Conforme	Conforme	Conforme	Rectiligne
Test à 90°	Conforme	Conforme	Conforme	
Test à 180°	Conforme	Conforme	Conforme	

Le tableau III.3, illustre Les résultats indiquent une polarisation uniforme et rectiligne sur l'ensemble des échantillons. Aucune déformation anormale n'a été détectée. Cela montre une bonne répartition des contraintes internes, absence de défauts (bulles, cristallisation

irrégulière) et une qualité de moulage satisfaisante, ce qui garantit la résistance des préformes au moment du soufflage[7].

III.4. Résultats de l'analyse colorimétrique par spectrophotomètre

Le tableau III.4 illustre les résultats de l'analyse colorimétrique des préformes comparés à un témoin (référence). Le témoin utilisé dans notre travail provient directement de la machine de fabrication, dans les conditions standards du procédé industriel. Il n'a pas subi aucune modification, ni traitement supplémentaire, ce qui permet de garantir une référence fiable et représentative de la production normale. La norme exigée par l'entreprise pour la variation colorimétrique est $\Delta E \leq 0,1$. Une préforme trop colorée (trop jaune, par exemple) peut être un signe de mauvaise matière ou mauvais réglage.

Tableau III. 4 : Résultats de test de couleur.

Échantillon	L*	a*	b*
Témoin	75.82	-10.06	87.00
Préforme 1	75.54	-10.03	86.96
Préforme 2	75.62	-9.98	86.98
Préforme 3	75.54	-10.00	87.04

Les résultats montrent une très faible variation entre les échantillons testés et le témoin, avec des valeurs de L*, a* et b* quasiment identiques. Cela indique une homogénéité colorimétrique satisfaisante des préformes, confirmant leur conformité aux spécifications internes. Aucune coloration anormale ou déviation significative n'a été observée, ce qui est essentiel pour assurer la qualité visuelle du produit final et garantir la stabilité chimique du PET[3].

III.5. Taux d'acétaldéhyde (AA)

Le tableau III.5 représente l'évolution du taux d'acrylamide (AA) en ppm dans un produit alimentaire (préforme) au cours du temps, après sa production.

Tableau III. 5 : Taux d'acétaldéhyde dans la préforme.

Échantillon	Temps de stockage	Taux d'AA (ppm)
Témoin	Avant stockage	2,50
Préforme 1	Jour 0 (production)	6,61
Préforme 2	Après 24 heures	5,40 environ
Préforme 3	Après 48 heures	3,20 environ
Préforme 4	Après 72 heures	2,58

D'après les résultats du tableau III. 5, l'analyse du taux d'acétaldéhyde (AA) libéré par les préformes a permis d'évaluer l'impact du temps de stockage et des paramètres de production sur la stabilité chimique du produit. Les résultats montrent une concentration en AA élevée juste après la fabrication (6,61 ppm), qui diminue progressivement avec le temps, atteignant une valeur de 2,58 ppm après 72 heures. Cette diminution est due à l'évaporation naturelle de l'AA hors du matériau PET[4].

En comparaison avec l'échantillon de référence (2,50 ppm), les valeurs obtenues après 72h de stockage sont considérées comme acceptables et conformes aux exigences de sécurité alimentaire, notamment en ce qui concerne le goût et l'odeur de l'eau contenue dans les bouteilles PET.

Quand on fabrique des préformes PET avec une machine à injection, le moule utilisé contient plusieurs empreintes (ou cavités). Chaque empreinte fabrique une préforme. Par exemple, un moule peut avoir 72 empreintes → donc il fabrique 72 préformes en même temps.

Chaque empreinte est numérotée (de 1 à 72), ce qui permet de savoir quelle préforme vient de quelle empreinte.

Tableau III. 6 : Influence du réglage des paramètres process.

Position dans le moule (n° empreintes)	Réglage de la machine	Observation du taux d'AA
Empreintes N°1 à 69	Avant réglage	Taux élevé (jusqu'à 6,61 ppm)
Empreintes N°70 à 72	Après réglage	Taux faible (~2,58 ppm)

Par ailleurs, l'étude montre que les réglages de processus de production jouent un rôle crucial. Avant ajustement (dans les empreintes 01 à 69), les taux d'AA étaient élevés. Après optimisation des paramètres (à partir de l'empreinte 70), les taux d'AA observés ont considérablement chuté, confirmant l'effet bénéfique d'un bon calibrage (vis, pression, température, etc.).

Conclusion

Conclusion

Au terme de ce travail, nous avons pu explorer en profondeur les différentes étapes de la transformation du polyéthylène téréphtalate (PET) en préformes, en mettant en évidence à la fois les aspects théoriques liés à sa synthèse, ses propriétés et ses domaines d'application, ainsi que les méthodes pratiques de caractérisation utilisées en industrie. L'étude menée au sein de la société Général Plast a permis d'analyser la qualité des préformes à travers un ensemble de contrôles géométriques et optiques, tels que la mesure d'épaisseur, la perpendicularité, l'observation sous polariscope, l'analyse colorimétrique et la quantification du taux d'acétaldéhyde (AA).

Ces tests sont essentiels pour garantir la conformité du produit aux normes exigées par le secteur de l'emballage, en particulier dans l'industrie de l'eau et des boissons. Les résultats obtenus ont montré que les préformes analysées respectaient globalement les tolérances internes définies, tant sur le plan dimensionnel qu'optique et chimique. Toutefois, certaines irrégularités observées, notamment au niveau du taux d'AA ou de la répartition des contraintes internes, soulignent l'importance d'un réglage précis des paramètres de transformation et d'un choix rigoureux des matières premières. En somme, ce travail confirme l'importance des protocoles de contrôle qualité dans l'industrie des plastiques, et en particulier dans la production de préformes PET, afin d'assurer la conformité et la performance du produit final.

Il ouvre également des perspectives pour l'optimisation des procédés et la réduction des défauts grâce à un meilleur suivi des conditions de fabrication. Le suivi de la qualité des préformes fabriquées au niveau de Général Plast d'Akbou est une étape essentielle pour garantir la conformité aux normes industrielles et satisfaire les exigences des clients. Les préformes doivent répondre à des spécifications techniques précises, notamment : Dimensions (longueur, diamètre, épaisseur de paroi), Poids (contrôle de la masse pour éviter les variations), Aspect visuel (absence de défauts : bulles, rayures, déformations), Propriétés mécaniques (résistance à la pression, étanchéité) et composition matière (qualité du PET utilisé, absence d'impuretés).

Références bibliographiques

- [1] Saidi, B., Hammami, T., et Louati, H., *Cours de PMF des matières plastiques*. (2019).
- [2] Awaja, F., et Pavel, D., *Recycling of PET. European Polymer Journal*, (2005).
- [3] Nisticò, R., *Polyethyleneterephthalate (PET) in the packaging industry. Polymer Testing*, (2020).
- [4] Bach, C., Dauchy, X., Chagnon, M.-C., et Etienne, S., *Chemical compounds and toxicological assessments of drinking water stored in polyethyleneterephthalate (PET) bottles: A source of controversy reviewed. Water Research*, (2012).
- [5] Paci, M., et La Mantia, F. P., *Competition between degradation and chain extension during processing of reclaimed poly(ethyleneterephthalate). Polymer Degradation and Stability*, (1998).
- [6] Plantamura, B., *Soufflage de corps creux bi-orientés. Techniques de l'ingénieur*, AM3700. Paris, (2012).
- [7] Bernard, P., *Étude des systèmes techniques industriels : soufflage et embouteillage des eaux (Dossier technique)*. (2003).
- [8] Laurianne, V., *Influence des contaminants contenus dans des PET recyclés mécaniquement sur le procédé d'injection*. Thèse de doctorat, Université Mines Paris – PSL. Paris, (2024).
- [9] Rahem, Z., *Étude des propriétés du mélange polyéthylène téréphtalate / modificateur de choc*. Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas – Sétif 1. Sétif, (2019).
- [10] McNeill, I. C., et Bounekhel, M., *Thermal degradation studies of terephthalate polyesters: 1. Poly(alkyleneterephthalates). Polymer Degradation and Stability*, (1991).
- [11] Bassett, D. C., Olley, R. H., et Keller, A., *On the crystallization phenomena in PEEK. Polymer*, (1988).
- [12] Franz, R., *European survey on post-consumer polyethyleneterephthalate (PET) materials to determine contamination levels and maximum possible recycled content for food contact applications. Food Additives & Contaminants*, (2005).
- [13] Picard, M., *Évolution de la microstructure d'un PET lors du bi-étirage soufflage : corrélation au durcissement structural*. (2008).
- [14] Fried, J. R., *Science et technologie des polymères*. 3e édition, Prentice Hall, New Jersey, (2014).
- [15] Mark, J. E., *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, Oxford, (1999).
- [16] Seymour, R. B., et Carraher, C. E., *Chimie des polymères – Introduction*. Marcel Dekker, New York, (2003).

- [17] Mezghani, K., Bousmina, M., Elloumi, S., Jaziri, M., et Ben Salah, A., *Comportement rhéologique du PET à l'état fondu. Polymer Engineering & Science*, (2000).
- [18] Franz, R., et Welle, F., *Europeansurvey on post-consumer PET materials to determine contamination levels and maximum consumer exposure. Food Additives and Contaminants*, (2004).
- [19] Boudour, L., *Injection des thermoplastiques : contrôle qualité des pièces moulées. Techniques de l'ingénieur*, AM3515. Paris, (2015).

Résumé

L'objectif de notre travail est de contrôler la qualité des préformes en PET fabriquées au niveau de Général Plast d'Akboudestinées pour l'emballage alimentaire (bouteilles de l'eau minérale et boissons).

Le suivi de la qualité des préformes fabriquées par Général Plast d'Akbou est une étape essentielle pour garantir la conformité aux normes industrielles et satisfaire les exigences des clients. Les préformes doivent répondre à des spécifications techniques précises, notamment : dimensions (longueur, diamètre, épaisseur de paroi), poids (contrôle de la masse pour éviter les variations), aspect visuel (absence de défauts : bulles, rayures, déformations) et composition matière (qualité du PET utilisé, absence d'impuretés).

Les résultats obtenus dans notre travail ont montré que les préformes fabriquées au niveau de Général Plast sont conformes aux normes exigées par l'entreprise.

Mots clés : Polyéthylène téréphtalate (PET), préforme, contrôle qualité, Général Plast.

Abstract

The aim of our work is to monitor the quality of PET preforms manufactured at Général Plast d'Akbou for use in food packaging (mineral water bottles and drinks).

Monitoring the quality of the preforms manufactured by Général Plast d'Akbou is an essential step in guaranteeing compliance with industrial standards and satisfying customer requirements. The preforms must meet precise technical specifications, in particular: dimensions (length, diameter, wall thickness), weight (mass control to avoid variations), visual appearance (absence of defects: bubbles, scratches, deformations) and material composition (quality of the PET used, absence of impurities).

The results obtained in our work showed that the preforms manufactured at Général Plast comply with the standards required by the company.

Key words : Polyethyleneterephthalate (PET), preform, quality control, General Plast.

العربية

يتمثل الهدف من عملنا في مراقبة جودة قوالب البولي إيثيلين تيريفثاليت البولي إيثيلين تيريفثاليت المصنعة في

Général Plast d'Akbou لاستخدامها في تغليف المواد الغذائية (قوارير المياه المعدنية والمشروبات).

تُعد مراقبة جودة التشكيلات الأولية المصنعة من قبل

Général Plast d'Akbou خطوة أساسية لضمان الامتثال للمعايير الصناعية وتلبية متطلبات العملاء. يجب أن تفي التشكيلات الجاهزة بالمواصفات الفنية الدقيقة، وعلى وجه الخصوص: الأبعاد (الطول والقطر وسُمك الجدار) والوزن (التحكم في الكتلة لتجنب الاختلافات) والمظهر المرئي (عدم وجود عيوب: فقاعات، خدوش، تشوهات) وتركيب المواد (جودة البولي إيثيلين تيريفثاليت البولي إيثيلين تيريفثاليت المستخدمة، وعدم وجود شوائب).

تتوافق مع المعايير المطلوبة Général Plast أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها في عملنا أن التشكيلات المصنعة في من قبل الشركة.

الكلمات الرئيسية: البولي إيثيلين تيريفثاليت

، التشكيل، مراقبة الجودة، جنرال بلاست (PET)