

Reportage

# Le MPI étire le PET recyclé pour ajuster le soufflage des bouteilles plastiques

Le pôle Mécanique physique des polymères industriels caractérise le comportement du PET recyclé lors du procédé de soufflage bi-étirage pour aider les industriels à incorporer plus de matière recyclée dans leurs bouteilles.

**D**ans le laboratoire de transformation du Centre de mise en forme des matériaux (Cemef), à Sophia Antipolis (Alpes-Maritimes), Christelle Combeaud, enseignante chercheuse au pôle MPI, se tient devant un prototype de machine de soufflage-étirage libre, une bouteille en PET (polyéthylène téréphtalate) recyclé à la main. Bossue, le culot trop gonflé et translucide plutôt que transparente, cette bouteille illustre les difficultés pour les fabricants de bouteilles en PET à utiliser la matière recyclée. Une problématique au cœur de la thèse que poursuit Laurianne Viora au MPI, avec un financement de plus de 200 000 euros du Sidel, un fabricant de machines de formage.

«Les industriels doivent incorporer au moins 25 % de PET recyclé dans les bouteilles d'ici à 2025 et 30 % d'ici à 2030, selon les directives européennes», rappelle Christelle Combeaud. Le problème ? Ce matériau est altéré par les traitements liés au recyclage. «La collecte, le lavage et le passage à l'état fondu provoquent une perte des propriétés macroscopiques du PET», explique-t-elle. Une étape de réajustement de longueur de chaîne en polymère est nécessaire pour récupérer la masse molaire initiale.»

Résultat : le PET ne se comporte pas comme la matière vierge lors du formage des bouteilles. Celles-ci acquièrent leurs propriétés barrières (impermeabilité aux gaz), optiques (transparence) et

mécaniques (rigidité), lors de la première étape du formage : le soufflage bi-étirage. Au cours de ce processus, une préforme de PET amorphe (non-cristallin) est chauffée puis soufflée, ce qui produit un étirage à la fois en longueur (axial) et en circonférence (radial). L'étirement du matériau fait naître et croître des noyaux de cristallisation : «10 à 30% de phase cristalline peuvent se développer», indique Christelle Combeaud.

La «bulle» ainsi formée est brutalement refroidie dans un moule, une étape

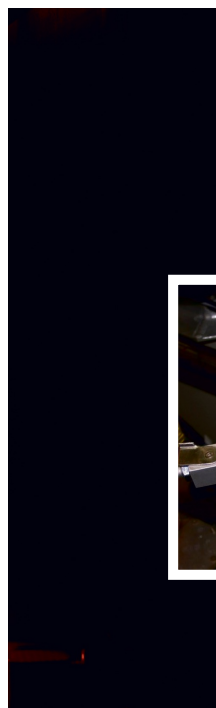
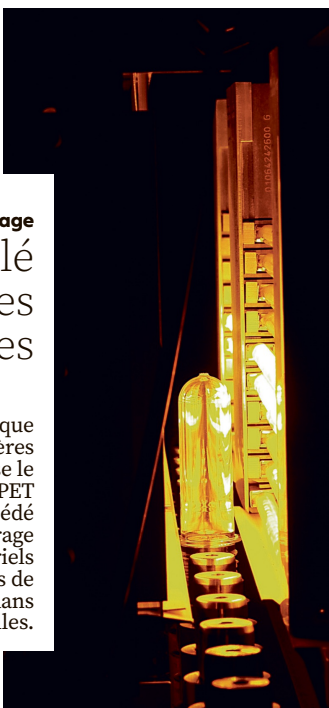
de trempage qui fige sa forme et sa microstructure. La cristallisation, dite dynamique car provoquée par l'étirage, doit être parfaitement maîtrisée : il en faut suffisamment pour conférer une bonne tenue mécanique à la bouteille, mais une cristallisation trop poussée compromet la trans-

parence du matériau ainsi que l'obtention de la forme désirée – le durcissement lié à la cristallisation détermine la forme prise par la bulle lors du soufflage.

Comprendre la cristallisation dynamique du PET recyclé s'impose donc pour pouvoir l'incorporer dans les bouteilles. Laurianne Viora et Christelle Combeaud s'y consacrent. Entre les outils de transformation et de mise en forme de matériaux, une machine de traction uni-axiale, entièrement fabriquée au MPI, permet une première caractérisation avec ses

quatre bras alimentés par des moteurs indépendants, son four à air pulsé et ses capteurs de déplacement et d'effort. Lors des tests, une plaque de PET recyclé est placée entre deux bras et étirée à chaud. Le champ des déformations induites est déterminé à l'aide d'un logiciel qui analyse

*L'équipe a acquis une meilleure compréhension de la cristallisation dynamique du PET recyclé.*



Lors de la première étape du formage, les préformes de PET passent dans un four infrarouge.

Ci-dessous, l'étirage bi-axial d'une plaque de PET recyclé.



PHOTOS: CEMEF

l'évolution d'un mouchetis aléatoire dessiné sur la plaque. De quoi étudier l'apparition puis la propagation de la cristallisation en fonction de la température et du niveau d'étirage. «Lorsque le PET est étiré, les chaînes polymères s'organisent de manière ordonnée, ce qui favorise la cristallisation du matériau. Un taux d'étirage plus élevé peut entraîner une cristallisation plus importante du PET», explique Christelle Combeaud. Et la chercheuse de pointer, à l'autre bout de la pièce, «une autre machine que le MPI a conçue avec Sidel, pour reproduire le procédé de soufflage en laboratoire».

Celle-ci se compose de deux éléments : un four équipé de lampes infrarouges pour chauffer la préforme de PET recyclé en rotation, entre 85 et 120°C, et une tige de soufflage exerçant une pression d'air élevée pour gonfler la préforme. En dessous, des tubes libèrent de l'air froid pour figer la bulle obtenue en l'absence du moule utilisé chez les industriels. Température, effort et pression dans la bulle sont mesurés, ainsi que les déformations grâce au suivi par une caméra rapide d'un mouchetis des-

siné sur la préforme. «Nous menons ensuite des analyses post-mortem sur la cristallisation. On détermine ainsi comment certaines températures et vitesses de déformation spécifiques induisent la formation de microstructures particulières», détaille Christelle Combeaud. La diffraction aux rayons X permet ainsi de mesurer le niveau de cristallinité des bulles, la taille et l'orientation des cristallites.

La thèse de Laurianne Viora touchant à sa fin, l'équipe dispose d'une meilleure compréhension de la cristallisation dynamique du PET recyclé. Ce dernier, souligne la doctorante, cristallise plus lentement que le PET vierge à une température et une vitesse d'étirage identiques. Les chercheuses traduisent leurs découvertes en consignes de température, de vitesse d'étirage et de temps de refroidissement pour les procédés de soufflage bi-étirage des industriels. Christelle Combeaud prépare déjà la prochaine étape de ces recherches : s'attaquer au problème posé par la variabilité de la matière dans les gisements de PET recyclé. Là encore, il s'agira de comprendre la cristallisation dynamique des différents PET recyclés pour en déduire les paramètres de formage. Avec un objectif supplémentaire, glisse la chercheuse : développer un outil permettant d'analyser rapidement le type de matière en entrée du processus pour en adapter automatiquement les paramètres. ■

Abdassamad Attigui

## mission prototypage

Plateforme Micro-Packs  
Lieux Toulon et Gardanne  
Techno Microélectronique

### Une expertise en réseau

C'est un soutien de taille pour la filière microélectronique : 650 m<sup>2</sup> de salles blanches, 200 m<sup>2</sup> de laboratoires et une centaine d'équipements au campus Provence de l'École des mines de Saint-Étienne, à Gardanne, et à l'école d'ingénieurs Isen, à Toulon. Créée en 2006 par SPS (IN Groupe), SPMicroelectronics, Thales et l'École des mines de Saint-Étienne, l'association Micro-Packs donne accès à une panoplie de services et d'équipements de pointe. La plateforme dispose d'un atelier de packaging pour réaliser l'assemblage de puces sur boîtiers céramiques, plastiques, micromodules ou PCB. Elle offre également un service de caractérisation sécuritaire. «Nous avons un laser bi-spot qui permet d'injecter simultanément deux sources laser indépendantes à travers le même objectif», précise Muriel Merle, la directrice des opérations. Une caméra photoémission a été récemment ajoutée, pour repérer les zones d'un circuit intégré qui travaillent en fonction du type de tâche.

D'autres ateliers de prototypage avec la possibilité de graver un circuit imprimé de diagnostic et précertification RF (EMVCo, NFC, IoT) de préparation d'échantillons, de caractérisation et de fiabilité complet l'offre. La plateforme bénéficie d'un vivier de compétences qu'elle met à la disposition des industriels. «Micro-Packs n'a pas de salarié, les personnes qui y travaillent sont détachées d'entreprises et possèdent de fortes compétences dans leur domaine, souligne Muriel Merle. Cette diversité dans le personnel nous donne accès à un large réseau industriel et académique.» Dans les années à venir, la plateforme continuera à investir afin de soutenir l'écosystème microélectronique de la région. Récemment, Micro-Packs s'est doté d'un système de réparation hybride capable de souder et dissoudre avec précision des composants sur tous types de cartes électroniques. «Nous allons également acquérir un microscope acoustique de dernière génération pour gagner en performance et compléter notre offre dans le domaine de la caractérisation.» Pour pérenniser son activité, l'association cherche d'ores et déjà de nouveaux financements.

Alexandre Roupiroz