



**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

---

**Ingénieur du Génie Sanitaire**

Promotion : **2007-2008**

Date du Jury : **24 et 25 septembre 2008**

---

**Evaluation du Risque Sanitaire pour la  
protection du consommateur sur une  
filière de production de PET recyclé destiné  
au contact alimentaire et prise en compte  
des recommandations de l'AFSSA**

---

**Présenté par :**

Marie-Catherine Coquin

**Lieu du stage :**

Sita Recyclage

**Référent professionnel :**

Carole Margotin

**Référent pédagogique :**

Denis Bard

---

## Remerciements

---

Mes remerciements s'adressent en premier lieu à Mme. Carole Margotin pour m'avoir donné l'opportunité de réaliser mon mémoire au sein de son équipe et pour sa disponibilité, son aide et ses conseils qui m'ont permis de mener à bien ce travail.

De plus ce travail n'aurait pu aboutir sans l'aide et le soutien de Mme. Virginie Decottignies du CIRSEE de Suez Environnement ainsi que l'équipe des experts de France Plastiques Recyclage : Antoine Liuzzo et Bruno Vincent.

Je tiens à remercier Arnaud Anthierens et Damien Vincent pour leur disponibilité.

Je remercie ensuite Mme Legeas, M. Pierre Le Cann et M. Denis Bard pour leurs recommandations tout au long de la préparation et du déroulement du mémoire.

Enfin, un grand merci à toute l'équipe du Pôle recyclage et de FPR pour leur accueil très chaleureux.

---

# Sommaire

---

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>1 Contexte réglementaire .....</b>	<b>5</b>
1.1 Cadre réglementaire des matériaux au contact de denrées alimentaires .....	5
1.2 Cadre réglementaire des eaux conditionnées.....	7
1.3 Les organismes réglementaires et les demandes d'autorisation de mise sur le marché.....	7
1.3.1 En France.....	7
1.3.2 En Europe .....	7
<b>2 Justification et objectifs de l'étude .....</b>	<b>9</b>
2.1 Présentation du projet .....	9
2.2 Objectif de l'étude .....	9
<b>3 Méthodologie.....</b>	<b>11</b>
3.1 Collecte d'information.....	11
3.1.1 Recherche bibliographique, documents techniques et réunions .....	11
3.1.2 Caractérisation du PET recyclé et du procédé.....	11
3.2 Méthodologie d'analyse du risque .....	11
3.2.1 Principes de l'analyse HACCP .....	12
3.2.2 Principes de l'analyse AMDEC .....	13
3.2.3 Méthode d'analyse des risques retenue .....	14
<b>4 Processus général de recyclage .....</b>	<b>15</b>
4.1 Collecte, Tri et Régénération .....	15
4.1.1 Origine de la matière recyclée par FPR.....	15
4.1.2 Collecte .....	15
4.2 Tri .....	17
4.2.1 Qualité de la matière après tri.....	19
4.3 Caractéristiques des bouteilles.....	19
4.3.1 Bouchons .....	20
4.3.2 Etiquettes .....	20
4.3.3 Colles .....	21
4.3.4 Encres.....	21
4.3.5 Le PET et ses additifs .....	22

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

4.3.6	Contenu de la bouteille .....	23
<b>4.4</b>	<b>Lavage et Broyage des bouteilles.....</b>	<b>25</b>
4.4.1	Procédé de lavage et broyage .....	25
<b>4.5</b>	<b>Procédé Thermique de recyclage de La Neuve Lyre .....</b>	<b>28</b>
4.5.1	Préparation matière .....	29
4.5.2	Extrusion et Granulation.....	29
4.5.3	Cristallisation et Polycondensation à l'état solide .....	30
4.5.4	Objectifs de traitement du PET .....	32
4.5.5	Elimination des contaminants générés lors du procédé de recyclage thermique.....	34
4.5.6	Autres sources de contamination potentielles lors du recyclage thermique.....	34
<b>5</b>	<b>Evaluation du risque sanitaire .....</b>	<b>37</b>
<b>5.1</b>	<b>Identification des dangers.....</b>	<b>37</b>
5.1.1	Contenus résiduels de la bouteille .....	37
5.1.2	Composés introduits lors de la collecte, tri et lavage.....	37
5.1.3	Produits de dégradation du PET .....	38
5.1.4	Caractérisation des paillettes, granulés amorphes et polycondensés .....	39
5.1.5	Tests de migration .....	41
5.1.6	Challenge Tests.....	44
5.1.7	Conclusion de l'identification des dangers .....	47
<b>5.2</b>	<b>Détermination des points critiques .....</b>	<b>48</b>
5.2.1	Les limites critiques.....	49
<b>5.3</b>	<b>Gestion du risque : les actions de maîtrise .....</b>	<b>51</b>
5.3.1	Autres points de contrôle importants.....	52
<b>5.4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>53</b>
<b>6</b>	<b>Analyse des risques, demandes d'autorisation et contraintes industrielles .....</b>	<b>55</b>
<b>6.1</b>	<b>Autorisation AFSSA.....</b>	<b>55</b>
<b>6.2</b>	<b>Autorisation Européenne .....</b>	<b>56</b>
<b>6.3</b>	<b>Discussion.....</b>	<b>57</b>
	<b>Conclusion .....</b>	<b>61</b>
	<b>Bibliographie.....</b>	<b>63</b>
	<b>Liste des annexes.....</b>	<b>I</b>

---

## **Liste des figures**

---

Figure 1: Monomère du PET .....	1
Figure 2: Processus général de recyclage .....	2
Figure 3: Schéma général d'un centre de tri.....	17
Figure 4: Schéma général des étapes de lavage et de broyage.....	26
Figure 5: Schéma de principe du procédé de recyclage thermique .....	28
Figure 6: Illustration de l'unité de séchage et extrusion.....	30
Figure 7: Unités de Cristallisation et Polycondensation à l'état solide, ligne 1 .....	31
Figure 8: Synthèse des étapes d'extrusion-polycondensation .....	32
Figure 9 : Diagramme du processus de Recyclage thermique de PET de La Neuve Lyre	48
Figure 10: Arbre décisionnel pour l'identification des points critiques .....	49

---

## **Liste des tableaux**

---

Tableau 1: Catégories de tri sélectif à la source. ....	16
Tableau 2: Prescriptions Techniques Minimales de tri .....	18
Tableau 3: Matière utilisée pour les bouchons de bouteilles en PET en fonction du type de contenant. ....	20
Tableau 4: Spécifications paillettes fixées par le cahier des charges FPR .....	27
Tableau 5: Caractéristiques contrôlées pour le contrôle des granulés amorphes.....	32
Tableau 6: Paramètres contrôlés lors de la SSP.....	33
Tableau 7 : Principaux composés volatiles dégagés lors de la dégradation du PET au cours du recyclage thermique .....	39
Tableau 8 : Tests de migration Laboratoire Pira International .....	43
Tableau 9: Substances modèles Challenge Test .....	44
Tableau 10: Taux de décontamination exigés par l'AFSSA.....	45
Tableau 11 : Points critiques du procédé de recyclage thermique.....	50
Tableau 12: Points critiques et mesures de maîtrise.....	51
Tableau 13: Points critiques et Tolérances .....	52

---

## **Liste des sigles utilisés**

---

AFSSA : Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments

BPF : Bonnes Pratiques de Fabrication

DDAE : Dossier de Demande d'Autorisation d'Exploiter

EFSA : Autorité Européenne de Sécurité des Aliments

FDA : Food and Drug Administration (*Agence américaine de sécurité des aliments et des médicaments*)

GC/MS : Chromatographie gazeuse couplée à un spectrophotomètre de masse

GC/FID : Chromatographie gazeuse à détecteur par ionisation de flamme

HACCP : Hazard Critical Control Point Analysis

IV : Indice de Viscosité

LQ : Limite de quantification

PE : PolyEthylène

PEHD : PolyEthylene Haute Densité

PELD : Polyéthylène basse (Low) Densité

PET : PolyEthylèneTerephtalate

PO: PolyOléfines

PP : PolyPropylène

PTM : Prescriptions Techniques Minimales

PVC: PolyVinylChloride

SAQ : Système d'Assurance Qualité

SSP : Solid State Polycondensation – *Polycondensation à l'état solide-*

## Introduction

Le polyéthylènetéréphthalate (PET) est un polymère semi-cristallin utilisé entre autres pour la fabrication de bouteilles contenant des boissons.

En France, les premières usines de fabrication du PET ont été installées dans les années '60 pour la production de fibres et de films. L'application alimentaire pour la fabrication des bouteilles ne commence à se développer qu'au début des années '90.

Un PET standard a une masse molaire d'environ 24000 g/mol et contient environ 100 monomères.

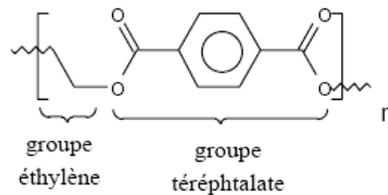


Figure 1: Monomère du PET<sup>1</sup>

Le PET est produit par deux voies connues comme :

- La voie du DiMéthylTéréphthalate (DMT) obtenu par estérification de l'acide téréphthalique et transestérification de l'ester formé
- La voie de l'acide téréphthalique purifié (TPA) basée sur la réaction de l'éthylèneglycol et l'acide téréphthalique.

Avant fabrication des bouteilles, le PET est conditionné sous forme de granulés. Il est ensuite refondu pour fabriquer des préformes puis soufflé pour mettre en forme la bouteille.

La principale voie de valorisation matière du PET usagé est le recyclage en fibres mais c'est un marché proche de la saturation. Cela ajouté à la volonté des autorités d'augmenter le taux de recyclage des matériaux d'emballage, une autre filière de valorisation se développe : le recyclage destiné au contact alimentaire.

Il faut distinguer la réutilisation du PET usagé et le recyclage. La réutilisation consiste à laver les bouteilles à chaud pour ensuite les remplir à nouveau tandis que le recyclage produit des granulés identiques au PET vierge.

Le PET peut être régénéré chimiquement ou thermiquement après broyage et lavage. Le recyclage chimique comprend la dépolymérisation complète en monomères puis une re-polymérisation pour redonner du PET. Le présent rapport traite uniquement du procédé

---

<sup>1</sup> Extrait de l'Evaluation Sanitaire des matériaux en polyéthylènetéréphthalate recyclé utilisés en tant que matériaux destinés au contact alimentaire, AFSSA 2006

## CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER

de recyclage thermique. Ces procédés sont aussi connus sous l'appellation de « Super-Clean Process ».

Le processus général de recyclage du PET issu de la consommation des ménages est décrit par le schéma ci-après.

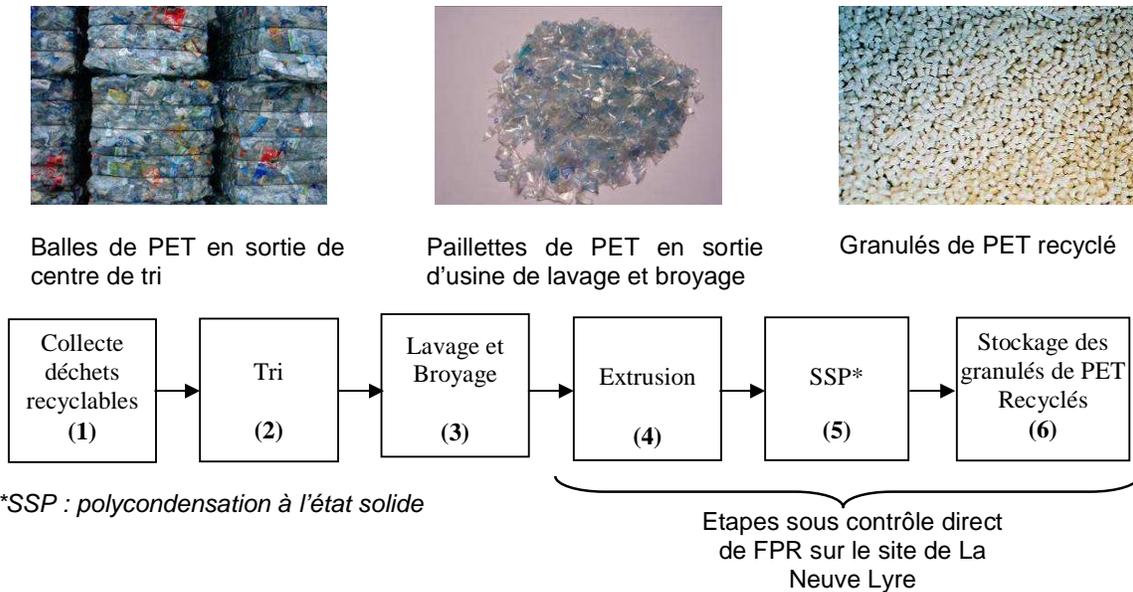


Figure 2: Processus général de recyclage

Les bouteilles et flacons plastiques sont collectés (collecte sélective des ordures ménagères). Ensuite, elles sont triées dans les centres de tri en fonction du type et de la qualité de la matière. L'étape suivante correspond au lavage et broyage des bouteilles pour produire des paillettes. Le recyclage s'arrête à cette étape pour la fabrication de fibres textiles. Mais pour produire du PET recyclé destiné au contact alimentaire, il faut effectuer un traitement supplémentaire. Une possibilité est de réaliser une extrusion suivie d'une polycondensation à l'état solide. Grâce à cette étape, des granulés de PET recyclé sont produits pour être ensuite conditionnés en emballages destinés au contact alimentaire.

Dans ce cadre, la question de la sécurité sanitaire du PET recyclé est soulevée : est-ce que le PET recyclé peut céder aux denrées alimentaires des substances chimiques dans des quantités suffisantes pour mettre en danger la santé du consommateur ?

Pour répondre à cette question, plusieurs travaux ont été menés depuis la fin des années '90 sur les méthodes analytiques pour la caractérisation du PET et la détermination de la migration de substances chimiques vers la denrée alimentaire. L'Agence Française de Sécurité Sanitaire (AFSSA) a notamment réalisé une évaluation des risques théorique sur le PET recyclé et a conclu qu'à condition de respecter certaines conditions stipulées dans les demandes d'autorisation, l'utilisation de PET ne représente pas de danger majeur

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

pour la santé du consommateur. Cependant, en tant que producteur responsable, il revient à chaque industriel de réaliser sa propre évaluation des risques sur ses procédés. Par conséquent, l'objectif de cette étude est de déterminer les risques chimiques pour le consommateur générés au cours du recyclage du PET sur une filière de recyclage thermique mise en œuvre par France Plastiques Recyclage.

Le présent rapport concerne le recyclage de PET jusqu'au stade de fabrication de granulés polycondensés. Le dossier passe en revue la réglementation en vigueur concernant les matières recyclées destinées au contact alimentaire et la méthodologie de l'étude. Ensuite le processus de recyclage est présenté pour continuer avec l'évaluation des risques selon le référentiel HACCP. Enfin, une discussion est menée sur les exigences des demandes d'autorisation en France et en Europe, leurs limites et leur mise en perspective par rapport aux réalités industrielles.

## **1 Contexte réglementaire**

Deux aspects doivent être distingués dans l'analyse du cadre juridique gouvernant l'activité de recyclage de PET pour fabriquer des matériaux destinés au contact alimentaire : la volonté de l'Union Européenne de favoriser le recyclage et la nécessité de préserver le consommateur des risques liés à la contamination des denrées alimentaires.

Premièrement, la volonté de l'Union Européenne de favoriser le recyclage se manifeste à travers la publication de la Directive 2004/12/CE modifiant la Directive 94/62/CE relative aux emballages et aux déchets d'emballage. Cette directive non seulement encourage la mise au point de procédés de recyclage innovants, mais aussi, elle élargit la responsabilité du producteur à la gestion des déchets d'emballage de ses produits pour réduire au minimum leur impact sur l'environnement. A cela s'ajoutent les objectifs de recyclage et de valorisation. Au 31 décembre 2008, au minimum 60% des déchets d'emballage devront être valorisés tandis que 22,5% en poids des plastiques devront être recyclés sous forme de plastiques.

Deuxièmement, les crises sanitaires ont fait évoluer la réglementation. Les industriels sont désormais responsables des produits mis sur le marché et doivent en assurer la sécurité sanitaire. Dans le cas des granulés de PET recyclés produits par FPR, cela se traduit par deux cadres réglementaires :

- Le cadre réglementaire des matériaux au contact de denrées alimentaires ;
- Le cadre réglementaire des eaux conditionnées.

### **1.1 Cadre réglementaire des matériaux au contact de denrées alimentaires**

La réglementation européenne relative aux matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires (Règlement n°1935/2004 du 27 octobre 2004) stipule que tout matériau destiné au contact alimentaire ne doit pas transmettre à la denrée alimentaire des composés en quantité susceptible de représenter un risque pour la santé humaine. De plus, il ne doit ni modifier la composition des aliments, ni altérer leurs caractères organoleptiques. Pour répondre à ces principes de base, plusieurs aspects doivent être pris en compte :

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

- Les matériaux et objets doivent répondre aux Bonnes Pratiques de Fabrication (BPF) ;
- La traçabilité des matériaux et objets doit être assurée à tous les stades de fabrication et d'utilisation ;
- Toute nouvelle substance susceptible d'être en contact avec une denrée alimentaire, doit être soumise à autorisation.

Ce dernier point s'inscrit dans la Directive 2002/72/CE relative aux matériaux destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires. Cette Directive présente une liste des matériaux autorisés à être employés en contact alimentaire en distinguant les monomères ou substances de départ et les additifs. Etant donné que les substances sont susceptibles de migrer vers la denrée alimentaire, elles sont assujetties à des limites de migration. Ainsi, le producteur se doit de tester le potentiel migratoire de son produit. Les Directives 97/48/CE, 82/711/CE et 85/772/CE définissent les règles de base nécessaires à la vérification de la migration des constituants des matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

De plus, les matières plastiques recyclées sont soumises à un règlement spécifique. Depuis l'entrée en vigueur du règlement n°282/2008 du 28 mars 2008 relatif aux matériaux et objets en matière plastique recyclée destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires, le règlement n°2023/2006/CE a été modifié. Désormais, les exigences suivantes sont appliquées :

- Le plastique recyclé doit être fabriqué selon un procédé de recyclage autorisé conformément au règlement ;
- Le procédé de recyclage doit être soumis à un système d'assurance qualité.

Le règlement n°2023/2006 établit les règles des BPF. Elles correspondent aux aspects de l'assurance qualité qui garantissent que le matériau est produit et contrôlé conformément aux règles et normes appliquées ainsi que l'assurance de l'innocuité du produit.

### ***Compléments de la Réglementation française***

Pour la commercialisation sur le territoire français, les matériaux doivent répondre aux directives et règlements énoncés ci-dessus ou à la brochure 1227 du Journal Officiel au Décret no 92-631 du 8 juillet 1992 relatif aux matériaux et objets destinés à entrer en contact avec les denrées, produits et boissons pour l'alimentation de l'homme ou des animaux.

## **1.2 Cadre réglementaire des eaux conditionnées**

La Directive Européenne des Eaux destinées à la consommation humaine (98/83/CE du Conseil du 3 novembre 1998) a pour objet la protection de la santé des personnes face aux effets néfastes que peut entraîner la consommation d'une eau contaminée. Ainsi, sont concernées les eaux distribuées par un réseau de distribution d'eau potable, un camion citerne, un bateau citerne, bouteilles (à exception des eaux minérales naturelles) et conteneurs. Cette Directive établit des exigences minimales à remplir pour la distribution d'eau destinée à la consommation humaine. Les eaux minérales naturelles doivent répondre aux spécifications de la Directive 80/877/CE.

## **1.3 Les organismes réglementaires et les demandes d'autorisation de mise sur le marché**

### **1.3.1 En France**

La Direction Générale de la Consommation, de la Concurrence et de la Répression des Fraudes (DGCCRF) est chargée de délivrer des autorisations de mise sur le marché de nouvelles molécules ou de nouveaux emballages. La DGCCRF transmet les dossiers de demande pour expertise à l'Agence Française de Sécurité Sanitaire (AFSSA) qui délivre un avis scientifique. Pour constituer le dossier de demande d'autorisation, le demandeur dispose de lignes directrices publiées par l'AFSSA. Les lignes directrices relatives au recyclage du PET ont été publiées en novembre 2006. Elles sont présentées en annexe 1.

### **1.3.2 En Europe**

Au niveau européen, la Commission est chargée de délivrer les autorisations de mise sur le marché des substances et des procédés. Comme pour le système français, la Commission tient compte de l'avis de l'Autorité Européenne de Sécurité des Aliments (EFSA) qui réalise des évaluations de sécurité sanitaire du procédé de recyclage. Les lignes directrices pour l'élaboration des demandes d'autorisation ont été publiées en juillet 2008. Elles sont présentées en annexe 2. La demande d'autorisation européenne est obligatoire du point de vue réglementaire. Cependant, même si les exigences sont harmonisées au niveau européen, les acheteurs de granulés recyclés se réfèrent toujours aux exigences nationales en premier lieu.

## **2 Justification et objectifs de l'étude**

### **2.1 Présentation du projet**

Dans le but d'explorer de nouveaux marchés pour les matières recyclées et de répondre aux évolutions réglementaires en matière de recyclage des emballages plastiques, la société France Plastiques Recyclage (FPR) souhaite se développer dans le recyclage de poly(éthylène téréphtalate) pour fabriquer des granulés de PET recyclés destinés au contact des denrées alimentaires. FPR est née de deux acteurs majeurs du recyclage en France: Paprec, spécialiste de la valorisation matière et Sita France, spécialiste de la gestion globale des déchets et désormais acteur n°1 du recyclage en France dans le domaine des plastiques, caoutchouc, métaux, bois, papiers et cartons.

Une première usine de recyclage de PET d'une capacité de 10 000 tonnes par an a été mise en fonctionnement début 2008 par FPR à La Neuve Lyre (Normandie). La technologie Starlinger mise en œuvre correspond à une unité d'extrusion-polycondensation à l'état solide (SSP). Elle permet de produire des granulés de qualité alimentaire à partir de paillettes.

Parallèlement, une autre usine de FPR est en cours de construction à Limay. Elle comprendra une ligne de lavage/broyage et une ligne de recyclage thermique de PET d'une capacité de 40 000 tonnes par an et sera mise en fonctionnement en juin 2009.

La présente étude concerne l'unité de La Neuve Lyre qui est actuellement en fonctionnement.

### **2.2 Objectif de l'étude**

Pour que FPR puisse commercialiser en France du PET recyclé pour un usage alimentaire, le procédé mis en œuvre à La Neuve Lyre doit faire l'objet d'une demande d'autorisation. Cette demande sera évaluée par l'AFSSA qui délivrera un avis sur la capacité du procédé à fabriquer du PET de grade alimentaire.

D'après les recommandations de l'AFSSA, la demande doit comporter une présentation de toutes les étapes du recyclage, la preuve du pouvoir décontaminant du procédé thermique et le détail du système d'assurance qualité permettant de garantir le suivi du process et de ses produits.

L'AFSSA a réalisé une étude théorique sur les risques sanitaires liés à l'utilisation du PET recyclé pour pouvoir définir ses recommandations. L'industriel se doit de suivre ces

recommandations pour fabriquer du PET de qualité alimentaire, mais il peut aller au delà pour adopter une démarche préventive dans la gestion de son procédé en prenant en compte les contraintes du milieu industriel.

Dans ce cadre, une évaluation des risques chimiques du process s'avère intéressante pour déterminer les paramètres clés à surveiller dans le Système d'Assurance Qualité (SAQ) et prévenir les dérives de qualité pouvant engendrer des dangers pour le consommateur. L'objectif de cette étude est donc d'identifier les dangers chimiques générés au cours du processus de recyclage pour pouvoir ensuite les maîtriser et protéger le consommateur.

L'évaluation des risques du procédé permettra de voir si des modifications doivent être apportées au SAQ de l'unité, non seulement pour assurer la qualité sanitaire du produit mais aussi pour respecter les recommandations de l'AFSSA. Le SAQ modifié pourra par la suite être intégré à la demande d'autorisation.

De plus, suite à la publication en juillet 2008 des lignes directrices pour le dossier de demande d'autorisation européen, une analyse des exigences de l'Union Européenne sera réalisée pour se projeter sur une future demande d'autorisation au niveau européen.

### **3 Méthodologie**

Pour répondre aux objectifs présentés ci-dessus, une première étape de collecte d'information et d'échanges a été nécessaire pour réaliser l'évaluation des risques. Une fois les données recueillies, la méthodologie d'analyse a été fixée. La démarche entreprise est présentée dans les paragraphes suivants.

#### **3.1 Collecte d'information**

##### **3.1.1 Recherche bibliographique, documents techniques et réunions**

Plusieurs sources d'information ont été exploitées. Premièrement, une recherche bibliographique a été réalisée pour faire l'état des connaissances en matière de recyclage de PET destiné au contact alimentaire et des dangers chimiques associés. Pour compléter cette recherche, des documents techniques de FPR ainsi que de ses fournisseurs process ont été consultés. A cela se rajoutent les différentes réunions de l'équipe projet FPR, les échanges avec des laboratoires de référence dans la qualification des emballages alimentaires (Institut Fraunhofer, Centre Technique de Conservation de Produits agricoles - CTCPA -) et les rencontres avec les acteurs du recyclage : Ecoemballages, Chargés de Centres de tri et Responsables qualité d'usine de lavage.

##### **3.1.2 Caractérisation du PET recyclé et du procédé**

Pour évaluer le procédé de recyclage, des caractérisations chimiques des paillettes, granulés amorphes et cristallisés ont été réalisées. L'interlocuteur principal a été le Pôle Analyse et Santé du Centre International de Recherche Sur l'Eau et l'Environnement (CIRSEE- Suez-Environnement) qui est en charge de développer les outils analytiques d'analyse de substances organiques pour le suivi qualité de la production de FPR.

Ainsi, des analyses de la matière plastique et des tests de migration ont été effectués. De plus, en coordination avec le CTCPA, un challenge test de l'unité de La Neuve Lyre a été réalisé pour déterminer le pouvoir décontaminant du procédé.

#### **3.2 Méthodologie d'analyse du risque**

L'objectif de l'évaluation des risques est d'identifier les étapes du processus au cours desquelles les dangers sont générés pour pouvoir ensuite les maîtriser.

Les dangers sont liés à la présence de substances dans le PET susceptibles de migrer vers le contenu de la bouteille, à la présence d'autres contaminants physiques pouvant entraîner l'apparition de substances chimiques dans le PET ou la défaillance de l'unité.

Le processus de recyclage depuis la collecte jusqu'au traitement thermique a pour but de séparer le PET des autres déchets recyclables et de le régénérer tout en le décontaminant grâce à un procédé thermique. Les étapes de collecte, tri, lavage et broyage ne sont pas réalisées sur le site de La Neuve Lyre par FPR. Etant donné que les risques générés lors de ces étapes ne peuvent pas être directement maîtrisés par FPR, des cahiers des charges ont été définis pour limiter la teneur en contaminants du flux PET.

En aval, FPR peut mettre en œuvre des actions de maîtrise des dangers sur le site de La Neuve Lyre où les étapes du recyclage thermique sont mises en œuvre.

Une approche d'évaluation et de gestion des risques selon les principes de HACCP (Hazard Analysis Critical Control Point - *Analyse des dangers, des points critiques pour leur maîtrise*) telle que définie par le *Codex Alimentarius* est proposée pour les étapes mises en œuvre à La Neuve Lyre.

### **3.2.1 Principes de l'analyse HACCP**

La méthode HACCP a été développée dans le domaine alimentaire par la firme Pillsbury (Etats-Unis) en 1971 pour assurer la sécurité des aliments des astronautes de la NASA. Depuis, l'utilisation de cette méthode s'est étendue aux entreprises agroalimentaires. En Europe, elle a été rendue obligatoire pour la fabrication de denrées alimentaires en l'introduisant dans la Directive 93/43. Elle est complémentaire à d'autres systèmes d'assurance qualité comme les normes ISO 9000 car la qualité du produit est gérée à travers tout le processus de fabrication. Au cours des dernières années, la méthode s'est étendue à la fabrication d'emballages au contact des denrées alimentaires dans la mesure où les emballages ne doivent pas transmettre des substances nocives aux denrées alimentaires. (*A-M Sjöberg et Al 2002, Ropkins et Al 2000, Bovee et Al 1997*)

La méthode HACCP repose sur sept principes :

- **Principe n°1** : Identifier les dangers, leur occurrence et les mesures préventives pouvant limiter ces dangers.
- **Principe n°2** : Déterminer les points critiques (CCP) pour la maîtrise des dangers.

- **Principe n°3** : Déterminer les limites critiques pour assurer le contrôle des points critiques.
- **Principe n°4** : Mettre en place un système de contrôle des points critiques
- **Principe n°5** : Prévoir des actions correctives à mettre en œuvre lorsque les limites critiques seront dépassées.
- **Principe n°6** : Etablir un système de vérification de procédures du système HACCP.
- **Principe n°7** : Etablir un système documentaire regroupant toutes les procédures mises en œuvre et les enregistrements.

Il serait aussi intéressant de combiner cette analyse à une approche basée sur le principe de criticité AMDEC (Analyse des modes de défaillances de leurs Effets et de leur Criticité) pour pouvoir quantifier et hiérarchiser les risques.

### **3.2.2 Principes de l'analyse AMDEC**

L'Analyse AMDEC découle de l'analyse AMDE (analyse des Modes de Défaillances et leurs Effets). Elle peut s'appliquer à l'analyse de la sécurité, d'un processus, d'un produit ou d'un moyen de production. L'objectif est de mettre en évidence les risques de dysfonctionnement, leurs causes et leurs effets qui se traduiront par des points critiques. Ces derniers sont ensuite maîtrisés par des actions correctives adaptées.

Les différentes étapes d'application de l'AMDEC sont :

- L'étude des défaillances : détermination des causes et des effets ;
- L'évaluation des risques de défaillance : calcul de criticité ;
- La mise en place de mesures correctives et/ou préventives ;
- L'évaluation des actions correctives ;
- La validation du dispositif.

La criticité est évaluée à partir de la gravité des défaillances, l'occurrence de celles-ci et la capacité à les détecter :

$$C = G \times P \times D$$

Où C correspond à la criticité

G correspond à la gravité de la défaillance

P correspond à la probabilité d'occurrence de la défaillance

D correspond à la détectabilité de la défaillance

### **3.2.3 Méthode d'analyse des risques retenue**

Une stabilisation partielle du procédé de recyclage thermique a été atteinte à partir du mois de juin 2008 avec une capacité de fonctionnement de 19 t/jour (en pleine capacité la production doit atteindre 24 t/jour). Par conséquent, FPR ne dispose pas encore d'un recul suffisant pour faire une analyse de défaillances. Une grande partie des arrêts de l'unité est plutôt liée à des ajustements du procédé qu'à des défaillances.

Pour cette raison, l'analyse de risque sera basée uniquement sur le référentiel HACCP tel que défini par le *Codex Alimentarius*. Une analyse de défaillances pourra être réalisée lorsque suffisamment de données sur le fonctionnement de l'unité pourront être recueillies.

## **4 Processus général de recyclage**

Le paragraphe suivant présente les différentes étapes nécessaires au recyclage du PET en granulés destinés au contact de denrées alimentaires : collecte, tri, régénération et procédé thermique. On entend par régénération les étapes de lavage et de broyage du PET. L'étape de procédé thermique correspond à l'extrusion, granulation et polycondensation à l'état solide du PET.

### **4.1 Collecte, Tri et Régénération**

L'objectif des étapes de collecte et de tri est de récupérer et d'isoler le PET des autres matières recyclables pour pouvoir le régénérer. Les étapes de lavage et de broyage (régénération) permettent d'éliminer les polluants superficiels ayant adhéré à la bouteille lors de son utilisation. FPR ne réalise pas ces étapes, mais elles sont sous contrôle grâce aux cahiers des charges.

#### **4.1.1 Origine de la matière recyclée par FPR**

Les bouteilles de PET destinées à être recyclées par FPR ont pour origine majoritaire la collecte sélective des ordures ménagères en France. Les principaux gisements se trouvent dans les régions:

- Ile de France (50%)
- Normandie et Picardie (19%)

Le pourcentage restant provient de régions de l'Est de la France (Lorraine et Bourgogne), des retours de consignes provenant d'Allemagne et des chutes industrielles.

#### **4.1.2 Collecte**

Cette étape s'inscrit dans le cadre du contrat de Reprise Garantie avec les collectivités locales. La collecte des bouteilles en PET rentre dans le flux de collecte sélective des matériaux secs de corps creux. Les modes de collecte sélective mis en œuvre en France sont:

- La collecte porte à porte de conteneurs ou sacs destinés à contenir des produits recyclables avec collecte multimatériaux en mélange ou sélective;
- La collecte par apport volontaire avec collecte multimatériaux sélective.

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

Dans la collecte multimatériaux en mélange, tous les déchets destinés à être recyclés sont repris dans un même conteneur à l'exception du verre. Le second type de collecte récolte les différents matériaux dans des compartiments différents.

Le particulier doit trier ses déchets à la source pour séparer les emballages plastiques, le carton, le papier, le verre et les emballages métalliques des déchets ménagers non valorisables en matière. Cela limite les possibilités de contamination du PET destiné au recyclage car le matériau est en contact avec une quantité de déchets réduite: cartons, papiers et métaux.

Catégorie	Objets	Anciens contenus
Emballages plastiques	Bouteilles et flacons en PEHD, PVC, PET, PP, PE, PELD,	<u>Alimentaire</u> : huile, soda, lait, jus, eau, sauce tomate, vin... <u>Produits ménagers</u> : adoucissants, liquide vaisselle, lessive <u>Produits de beauté</u> : gel douche, crèmes, shampoing...
Métaux, Briques et Cartons	Briques alimentaires, boîtes de conserves, bouteilles aérosols, barquettes en aluminium, boîtes en carton de suremballage	<u>Alimentaire</u> : sirop, poisson, légumes, lait, jus <u>Non alimentaire</u> : déodorants d'ambiance, insecticides, produits d'entretien de la maison...
Papiers	Journaux, magazines, revues	
Emballages en Verre	Bouteilles, flacons, bocaux	<u>Alimentaire</u> : Boissons, confiture, soupes, légumes... <u>Non alimentaire</u> : parfums, crèmes, savon

**Tableau 1: Catégories de tri sélectif à la source.** Source : Ecoemballages 2008

La composition des flux de matière collectée est corrélée aux différents types d'emballage mis sur le marché. En 2007, 330 000 tonnes de bouteilles et flacons en PET (étiquettes et bouchons inclus) ont été mises sur le marché. Environ 84% correspondent à une utilisation alimentaire (boisson, vinaigre et huile). Il faut noter que l'intégralité du flux de PET mis sur le marché est de grade alimentaire. (Source : Ecoemballages 2008)

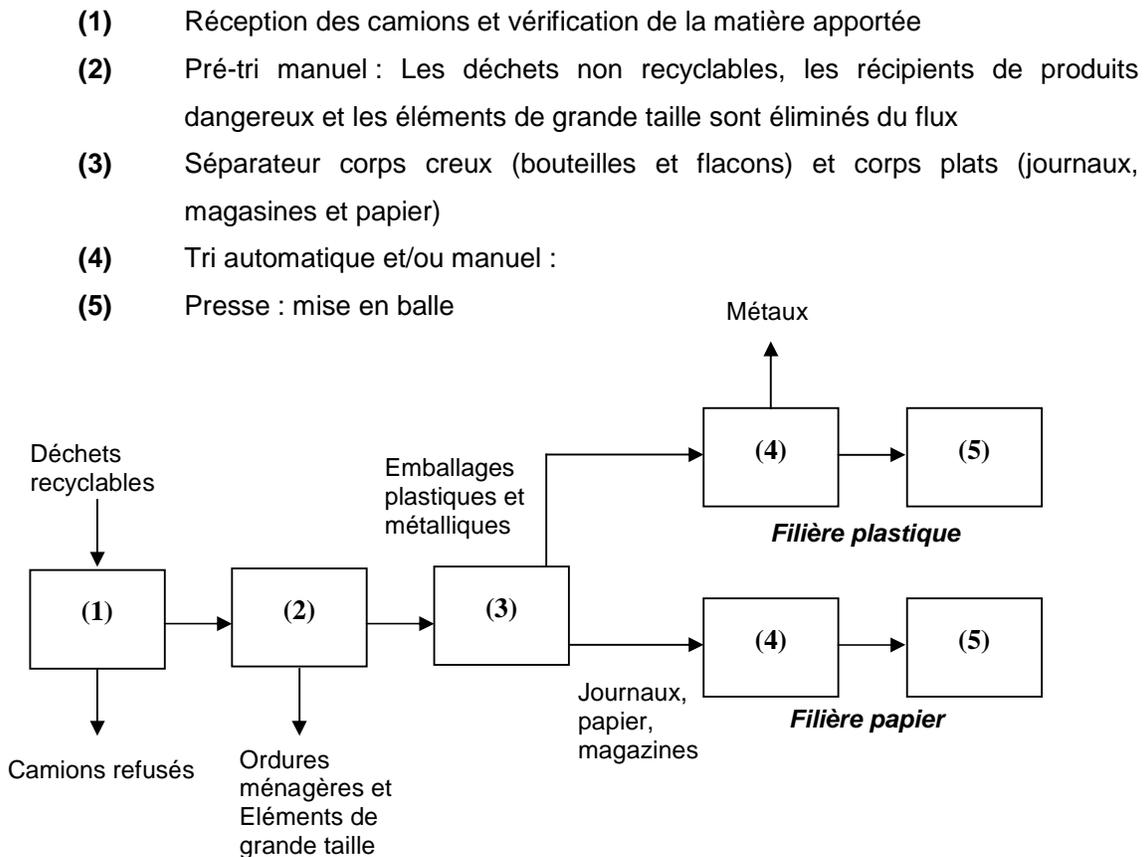
L'utilisation non alimentaire du PET comprend les récipients de produits lessiviels (liquide vaisselle principalement), produits cosmétiques et autres produits de droguerie. Lors de la collecte, le PET ayant eu une vie non alimentaire n'est pas séparé. Par conséquent, il se retrouve mélangé au PET alimentaire.

### ***Influence du type de collecte sur la qualité du flux recyclé***

L'étude européenne sur le PET post-consommateur réalisée dans le cadre du projet FAIR-Recyclability a investigué l'influence du type de collecte sur le niveau de contamination du PET. Cette étude a démontré que les différences de contamination n'étaient pas significatives entre la collecte par apport volontaire et la collecte en porte à porte. Néanmoins, l'apport volontaire présente une plus grande homogénéité, ce qui signifie que l'on peut s'attendre à une contamination plus diversifiée pour la collecte porte à porte. A cela s'ajoutent les erreurs de tri et la possibilité d'un usage secondaire de l'emballage pour contenir toutes sortes de substances. (R. Franz, 2002)

## **4.2 Tri**

Une fois collectés, les matériaux destinés au recyclage doivent être triés. Généralement, les centres de tri français sont organisés comme le présente la figure numéro 3 :



**Figure 3: Schéma général d'un centre de tri**

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

Les matières plastiques sont triées en trois flux tout en respectant les Prescriptions Techniques Minimales (PTM) stipulées dans les contrats de Reprise Garantie entre les collectivités et les sociétés agréées :

- PEHD + PP
- PET clair (qualité Q0 et Q4)
- PET foncé (qualités Q5 et Q6)

Les PTM sont détaillées dans le tableau ci-dessous :

Eléments étrangers au flux	Tolérance par balle
<ul style="list-style-type: none"><li>- Bouteilles ou flacons plastiques autres que le flux principal</li><li>- Autres emballages plastiques (barquettes, pots, films, sacs...)</li><li>- Autres emballages ménagers (en acier, aluminium, papier, carton...)</li><li>- Journaux – Revues – Magazines</li></ul>	≤ 2% en poids
<ul style="list-style-type: none"><li>- Bouteilles ou flacons contenant ou ayant contenu de l'huile alimentaire ou un corps gras épais alimentaire.</li><li>- Bouteilles en verre ou morceaux de verre</li></ul>	≤ 0,2% en poids
<ul style="list-style-type: none"><li>- Bouteilles ou flacons contenant ou ayant contenu des produits dangereux au sens des différentes législations concernées :<ul style="list-style-type: none"><li>- huiles minérales ou synthétiques ou graisses</li><li>- peintures, solvants, vernis, laques, encres, colles et adhésifs</li><li>- pesticides</li></ul></li></ul>	≤ 0,02% en poids

**Tableau 2: Prescriptions Techniques Minimales de tri** (Source : Contrat de Reprise Garantie)

De façon générale, le tri automatisé est doublé d'un tri manuel pour assurer la qualité du tri. Pour éviter la contamination du flux en cours de tri, les sacs fermés contenant des matières difficilement identifiables ne sont pas ouverts.

Les matières triées sont récupérées dans des alvéoles dédiées pour procéder au conditionnement en balle. Un contrôle qualité est effectué avant la presse, directement dans les alvéoles. Les éléments étrangers (bois, métal, papier, autres matières plastiques) sont retirés et quantifiés.

La mise en balle est réalisée grâce à une presse et un cerclage en fils de fer ou plastiques. La presse fonctionne par campagnes en alternant les matériaux. Même si le couloir de presse est dûment nettoyé après chaque campagne, des résidus peuvent persister et rentrer dans les balles de la nouvelle campagne en générant un fort taux de contamination. C'est pour cette raison que les premières balles de chaque campagne sont déclassées.

#### **4.2.1 Qualité de la matière après tri**

Pour évaluer les performances et le respect des PTM, les centres de tri réalisent des caractérisations de balles. Les paramètres examinés sont :

- La tenue de la balle et la qualité du cerclage ;
- La densité ;
- La présence de contaminants selon les catégories listées dans les PTM.

Les variations de qualité des balles ont un impact sur le procédé de lavage, notamment lorsque des pics de pollution ont lieu. Ces derniers peuvent être causés par des dysfonctionnements d'équipement ou la contamination lors des campagnes de presse.

De façon générale et d'après les responsables qualité des centres de tri et des usines de lavage, les PTM des matières plastiques sont bien respectées. Les pics de pollution correspondent à des événements exceptionnels.

La traçabilité de la matière est assurée depuis son entrée en centre de tri. Tous les camions subissent un contrôle, une identification à l'entrée et un enregistrement de:

- La commune de provenance ;
- Le type de déchet apporté.

Après tri, la matière est organisée par lots en fonction du remplissage du camion. En sortie de centre de tri chaque lot est identifié par une fiche selon leur provenance, le type de matière et la date de mise en balle

De plus, un détecteur de radioactivité est placé en entrée de centre. La limite de détection de produits radioactifs est de 0,5  $\mu\text{Sv/h}$ . Tout camion dépassant cette limite est refusé par les centres de tri. Par conséquent, les substances radioactives présentes dans des quantités supérieures à 0,5  $\mu\text{Sv/h}$  ne devraient pas se retrouver dans le flux de matières recyclées

#### **4.3 Caractéristiques des bouteilles**

Le PET collecté et trié est issu majoritairement de bouteilles d'origine alimentaire (eau, boisson, huile et vinaigre). Le bouchon et l'étiquette de la bouteille représentent jusqu'à 10% du poids total de celle-ci.

Le conditionnement des bouteilles est très variable d'une marque à une autre. Or, lors du processus de recyclage de PET, certains matériaux étrangers limitent la recyclabilité du PET et doivent être écartés le plus en amont possible. Une analyse des composants de la

bouteille permet d'identifier les contaminants issus de la bouteille et pouvant se retrouver dans le flux de PET.

#### 4.3.1 Bouchons

Les bouteilles comportent des systèmes de fermeture de différentes matières : PEHD, PP, PVC et aluminium comme le montre le tableau ci-dessous.

Contenant	Matière Bouchon monopiece	Matière Bouchon multipiece
Eaux plates (aromatisées ou non)	99% PEHD PP marginal	Coque en PEHD (minorité de PP) + opercule aluminium pour les circuits logistiques longs.
Boissons gazeuses	Bouchon en PEHD à 100%. Développement possible en PP	- Coque en PP et joint : majoritairement en EVA, PVC et silicone minoritairement. - Concerne les bouteilles de petit format
Boissons gazeuses sensibles à l'oxygène	PEHD, Peut exister pour les durées de vie très courtes	- Coque en PP ou PEHD avec un joint (rapporté ou dans le moule). - Nombreux développements de barrières, actives ou passives.
Jus, thés, boissons énergétiques	PEHD	- Coque en PEHD, parfois en PP (selon le besoin de tenue à chaud), avec : - un opercule aluminium (induction) ou - un joint (nombreux développements de barrières actives ou passives).
Lait frais, yaourt liquide	PEHD	- Coque en PEHD avec un joint à base de PEHD. Quelques opercules en aluminium.

**Tableau 3: Matière utilisée pour les bouchons de bouteilles en PET en fonction du type de contenant.**

Source : COTREP 2008, [www.cotrep.fr](http://www.cotrep.fr)

Les bouchons sont majoritairement des bouchons monopieces. L'élimination des bouchons est assurée lors des étapes de lavage.

#### 4.3.2 Etiquettes

Les étiquettes apposées sur les bouteilles peuvent être en papier ou en plastique (PP, PVC, PET, PO). Les étiquettes en PVC sont moins utilisées car elles perturbent le recyclage. Néanmoins elles peuvent se retrouver dans le flux de PET et leur élimination doit être

assurée. Les étiquettes en papier sont toujours utilisées mais la tendance est à l'augmentation des étiquettes plastiques autres que le PVC. Des étiquettes papier à encre métallisée peuvent être utilisées. Leur emploi est déconseillé non seulement à cause de l'augmentation des déchets à traiter (gestion de refus plus importante mais cela limite aussi le contact des bouteilles avec des métaux). (Source COTREP 2008)

#### **4.3.3 Colles**

Les colles utilisées appartiennent à deux familles :

- les colles aqueuses liquides : synthétiques ou à base d'un mélange synthétique et naturel
- les colles Hotmelt solides thermofusibles (synthétiques)

La solubilité des colles dans l'eau chaude ou froide et à différents pH va dépendre du produit et de l'utilisation finale du produit sur lequel elle est apposée.

La tendance actuelle est d'encourager l'utilisation de colles solubles sur les produits recyclables car celles-ci ont une « lavabilité » de 85%. A l'opposé, les colles non solubles atteignent une « lavabilité » de 40 à 50%, ce qui perturbe le recyclage.

Dans le cas du PET et des étiquettes entourant la bouteille, les colles de type Hotmelt sont le plus fréquemment utilisées. Les colles aqueuses sont utilisées lorsque des étiquettes partielles sont apposées. La quantité de colle utilisée a tendance à diminuer. Elle couvre une bande de quelques centimètres de largeur sur la surface de la bouteille. L'élimination des colles est un facteur important lors des étapes de lavage puisque des résidus de colle peuvent entraîner des dérives de qualité et perturber la chaîne du recyclage en aval. (Source COTREP 2008)

#### **4.3.4 Encres**

Les encres utilisées sont imprimées sur support plastique ou papier. Dans les deux cas des encres à pigment organique ou minéral sont utilisées. Celles-ci sont éliminées au cours des étapes de lavage pour éviter les perturbations du recyclage du PET. Le type d'encre utilisée varie en fonction des techniques d'impression mises en œuvre :

- *Offset* : l'encre est visqueuse à base de résine/huile végétale ou encre UV
- *Flexographie* : l'encre est très fluide et fabriquée à base de solvants organiques ou à l'eau. L'encre UV est aussi utilisée.
- *Héliogravure* : l'encre est très fluide et fabriquée à base de solvants organiques ou à l'eau

La technique la plus utilisée pour l'impression papier est l'offset tandis que pour le support plastique, il s'agit de l'héliogravure. (Source COTREP 2008)

#### **4.3.5 Le PET et ses additifs**

Le PET est un produit fabriqué à partir de pétrole. Il est synthétisé par deux voies :

- La voie du DiMéthylTéréphtalate (DMT) obtenu par estérification de l'acide téréphtalique et transestérification de l'ester formé.
- La voie de l'acide téréphtalique purifié (TPA) basée sur la réaction de l'éthylèneglycol et l'acide téréphtalique

##### *Additifs de synthèse du PET*

Pour catalyser ces réactions, des catalyseurs métalliques sont ajoutés. Industriellement, la réaction de transestérification est catalysée par le manganèse et le calcium sous forme acétate. Des additifs sont aussi ajoutés pour catalyser des réactions d'extension de chaîne, tels que l'antimoine. Les autres catalyseurs utilisés de façon minoritaire sont le germanium et le titane. (Oi-Wah Lau and Siu-Kay Wong 2000, Firas Awaja et Al. 2005, Shotyck et Al. 2006)

##### *Additifs fonctionnels du PET*

- Conservateurs

Avec le développement des boissons sans conservateurs et des eaux aromatisées, les embouteilleurs ont développé des systèmes de protection de la boisson par le renforcement de l'étanchéité de l'emballage. Pour les bouteilles en PET, ces systèmes sont constitués d'une couche de polyamide utilisée comme support de pièges à oxygène et à dioxyde de carbone. Elle est placée soit entre deux couches de PET, on parle alors de barrière multicouche ; soit mélangée avec le PET, on parle alors de monocouche ou de « blend ». Un taux de polyamides trop élevé dans le flux de recyclage provoque un jaunissement des paillettes.

- Stabilisants

Des stabilisants UV de type « HALS » (Hindered Amines Light Stabilizers), cyanates et benzotriazoles peuvent aussi être ajoutés au PET pour limiter sa dégradation lorsque les bouteilles sont exposées au rayonnement UV. Ces composés sont aussi utilisés comme antioxydants. Parmi les plastifiants utilisés, on retrouve le butyl stearate, l'acétylbutyl citrate, les alkyl sebacates, les adipates et les esters de phtalate. (O. Lau and S. Wong 2000).

- Pigments

Les bouteilles de PET sont triées en fonction de leur couleur : Q0, Q4 ; Q5 et Q6. Les bouteilles de qualité Q5 et Q6 sont les plus colorées (vert et bleu foncé majoritairement) et

ne pourront pas être recyclées dans un flux de bouteilles claires. Les pigments des matières plastiques destinées au contact alimentaire doivent respecter des restrictions d'usage et ne doivent en aucun cas céder des constituants de manière notable à la denrée alimentaire. Les pigments doivent être compatibles avec les procédés de fabrication de la matière pour éviter par exemple une dégradation thermique du colorant en cours de process. Les constituants des pigments proviennent de familles de composés chimiques variés. On distingue néanmoins les colorants minéraux (à base de métaux) et organiques. (AFSSA 2006, COTREP 2008)

L'utilisation des additifs cités ci-dessus est soumise à la réglementation. Des limites de migrations établies par la directive 2002/72 doivent être respectées. Cela signifie, à priori, que dans le PET recyclé ces produits ne devraient pas dépasser les limites de migration établies dans la réglementation, étant donné qu'aucun additif n'est rajouté lors du recyclage thermique du PET.

Parallèlement, la concentration résiduelle en réactifs et monomères de départ du PET est aussi soumise à la réglementation. Cependant, au cours du recyclage, des réactions de dégradation ont lieu. Les composés constitutifs du PET vierge peuvent être générés et doivent faire l'objet d'une vérification.

#### **4.3.6 Contenu de la bouteille**

Le PET destiné à être recyclé pour le contact alimentaire aura eu une première vie dans le contact alimentaire. En effet, la grande majorité de la matière recyclée est constituée de bouteilles ayant contenu des boissons. Des substances caractéristiques des anciens contenants vont donc être retrouvées. Tel est le cas du limonène, constituant typique des boissons aromatisées. D'autres composés de la famille des terpènes ont été identifiés. Ces composés sont utilisés dans la constitution d'arômes. Une autre classe de composés retrouvés sont les acides benzoïques et ses esters ainsi que le benzaldéhyde. Ces composés sont liés à la présence de conservateurs dans certaines boissons et sont donc présents à des concentrations dans le respect de la réglementation. (C.Nerin et Al 2003, Pierce et Al, 1995)

Il existe deux possibilités d'introduction de contaminants dans le flux de PET :

- L'introduction dans le flux de flacons et bouteilles en PET de grade non alimentaire ;
- Une seconde utilisation par le particulier pour contenir des produits chimiques non alimentaires.

De nombreuses études se sont penchées sur la possibilité de contamination du PET due à une utilisation secondaire. *H. Widén et Al.* ont identifié neuf groupes d'odeurs liées à des contaminants dans des bouteilles destinées à être ré-utilisées pour contenir des boissons. Parmi les principales substances chimiques identifiées liées à une « mauvaise » utilisation du particulier, se trouvent :

- Les naphthalènes ;
- Le benzène, le toluène et le xylène ;
- Les éthers ;
- Le furane ;
- L'acide acétique.

Ces substances sont associées à l'introduction dans les bouteilles de produits tels que :

- Des agents de nettoyage ou des détergents ;
- Du pétrole ;
- Des résidus de tabac.

L'étude européenne menée par *Franz et Al.* a montré que les contaminations liées à une « mauvaise » utilisation se produisent de façon sporadique (taux d'incidence de 0.03% à 0.04%), mais lorsque cela arrive, un important taux de contamination est observé. Ainsi, des analyses par chromatographie gazeuse de paillettes non lavées ont montré la présence de toluène et d'isomères de xylène à 50 mg/kg et 200 mg/kg respectivement. En revanche, les granulés lavés et décontaminés grâce à un procédé thermique n'ont pas montré la présence de substances dues à un mauvais usage. D'autres études ont établi des listes allant de 30 à plus de 120 substances pouvant être présentes dans le PET (*Konkol et Al 2003, Bayer 2001*).

La recherche de possibles contaminants à ce stade du recyclage se révèle intéressante pour avoir un spectre des substances qu'il faudra éliminer lors des étapes ultérieures du recyclage. Cependant, la rareté des contaminations et la dilution des bouteilles contaminées dans des bouteilles non contaminées rendent difficile l'identification de polluants. Par conséquent, une analyse de routine pour rechercher des polluants inconnus à ce stade du recyclage (dans les paillettes) ne s'avère pas pertinente.

Néanmoins, le contrôle d'autres contaminants facilement identifiables comme des matières étrangères (bois, métal, PVC...) doit être réalisé. Ces matières vont avoir une incidence sur les étapes postérieures du recyclage. Elles peuvent endommager l'équipement ou être dégradées lors du processus thermique tout en altérant la qualité du PET.

Grâce aux PTM les taux de contaminants vont être limités, mais les usines de lavage devront néanmoins faire face aux pics de pollution.

## **4.4 Lavage et Broyage des bouteilles**

L'objectif de l'étape de lavage est d'éliminer les polluants superficiels ayant adhéré à la bouteille lors de son utilisation. Dans l'attente de la mise en route de la ligne de lavage de Limay, FPR sous-traite le lavage et le broyage des bouteilles à des prestataires de recyclage européens. Ces derniers assurent la livraison de paillettes conformes aux cahiers des charges.

Les paragraphes ci-dessous présentent une description générale du procédé de lavage et de broyage réalisé par les fournisseurs de FPR.

### **4.4.1 Procédé de lavage et broyage**

Le procédé de lavage fonctionne par campagnes pour produire des paillettes de PET de couleur homogène. Ainsi, les flux de qualité de couleur (Q0, Q4, Q5 et Q6) de PET ne sont pas mélangés au cours d'une même campagne. Toutes les qualités subissent le même traitement. La figure 4 présente une description générale du processus de lavage et de broyage.

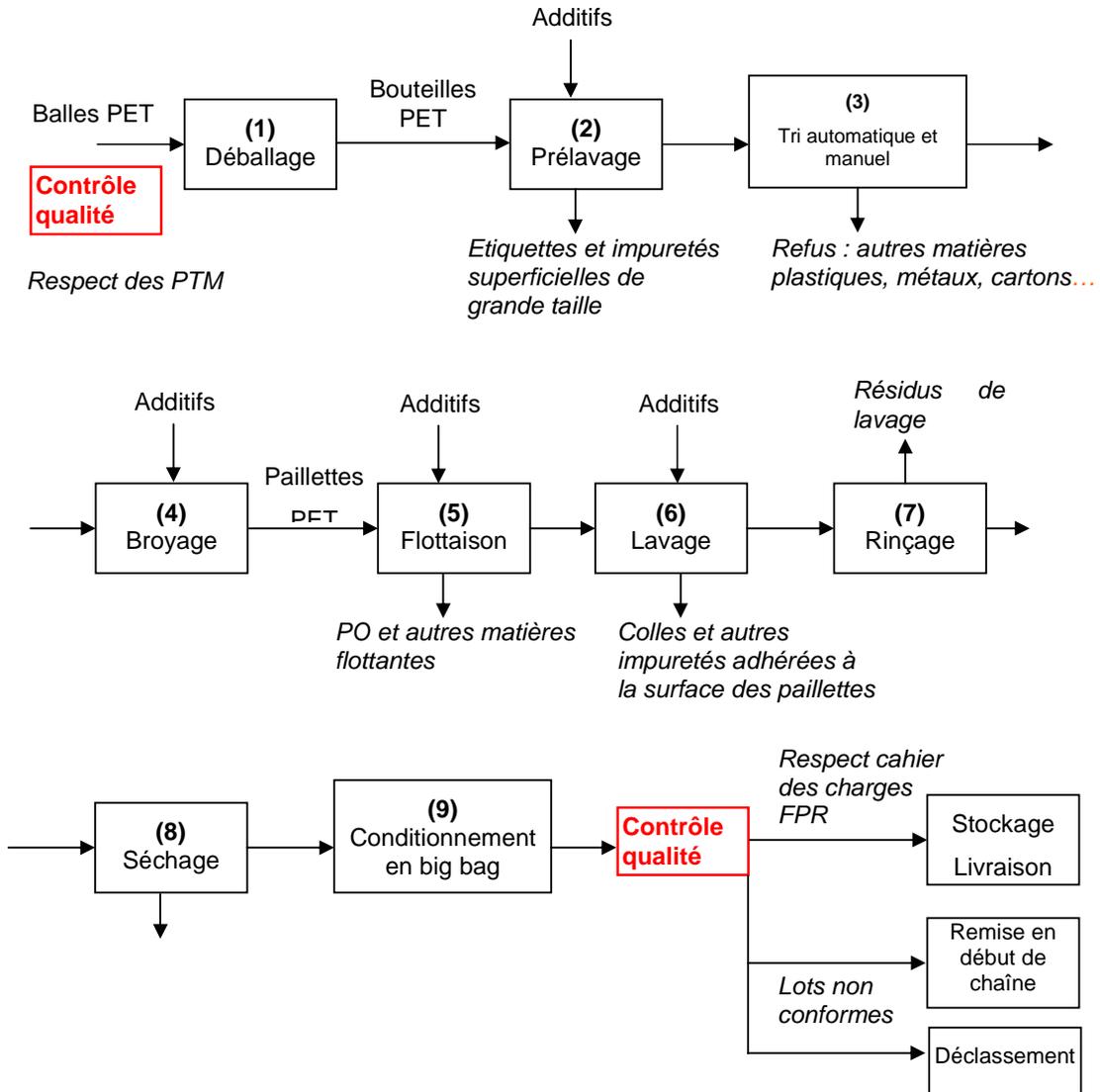


Figure 4: Schéma général des étapes de lavage et de broyage

Les objectifs de traitement du lavage et broyage sont basés sur la présence de contaminants, la granulométrie des paillettes et des caractéristiques physico-chimiques telles que le taux d'humidité, la couleur et la densité apparente. Dans le cas de FPR, les spécifications des paillettes telles que définies dans le cahier des charges sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Présence de contaminants	Taux (ppm)	Seuil de non conformité
PVC (taux maximum)	50	80
PO	10	20
PA	10	20
Autres polymères	10	20
Papier	10	20
Bois	10	20
Métaux	10	20
PET opaque	<50	50
PET coloré	<100	100
Total Contaminants	< 0,05 %	0,05 %
<b>Autres paramètres</b>		
Variation de pH		<0,5
Densité apparente		290-350 kg/m <sup>3</sup>
Taille		6 – 12 mm
Poussières (<1mm)		1%
Humidité		<0,9%

**Tableau 4: Spécifications paillettes fixées par le cahier des charges FPR****Additifs de lavage**

Pour améliorer les performances du lavage, des agents de flottation, des anti-mousses et des tensio-actifs sont ajoutés. Les agents de flottation sont formulés à base de polyéthers de glycol. Les tensio-actifs utilisés, correspondent à des agents de surface non ioniques de type alcool éthoxylate. De l'hydroxyde de sodium est ajouté pour rendre basique le bain de lavage. Ces produits répondent aux exigences de l'arrêté du 8 septembre 1999 – Brochure 1227 – DGCCRF.

**Contrôle qualité et traçabilité**

Tous les fournisseurs de FPR sont certifiés ISO 9001 et ISO 14001. Un contrôle qualité est effectué sur la matière réceptionnée à une fréquence d'au moins une balle par camion, choisie au hasard. Chaque lot de matière réceptionné est identifié à un centre de tri grâce au bordereau d'identification matière joint systématiquement par les centres de tri. Toute matière réceptionnée est enregistrée dans les registres de livraison.

Les paramètres contrôlés sont :

- La quantité de contaminants

- Le taux d'humidité
- La forme et tenue des balles

Ces paramètres doivent être conformes aux PTM décrites dans le paragraphe 4.

Après contrôle, une codification est attribuée en fonction de la matière, du type de balle, de l'origine et de la date. Ce numéro suit le lot jusqu'à la fabrication de paillettes.

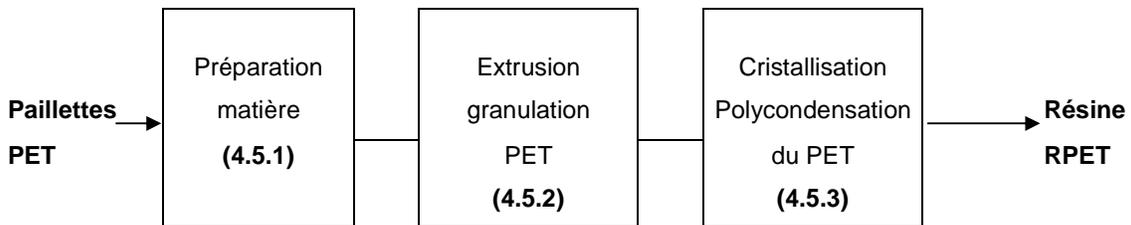
Lors du conditionnement des paillettes, un nouveau numéro de lot est attribué et chaque big bag<sup>2</sup> est muni d'une fiche d'identification sur laquelle figurent le numéro du lot des paillettes et le numéro du lot des balles d'origine. Tous les lots sont répertoriés sur un logiciel de suivi logistique. Ainsi, sur toutes les étapes de la chaîne, la traçabilité de la matière est assurée.

Avant livraison, les paillettes subissent un contrôle qualité. Elles doivent répondre aux caractéristiques listées dans le tableau 4 pour qu'elles puissent être traitées thermiquement par FPR.

#### **4.5 Procédé Thermique de recyclage de La Neuve Lyre**

Pour produire du PET recyclé de grade alimentaire, des étapes de décontamination profonde des paillettes de PET doivent être mises en œuvre. L'unité d'extrusion et polycondensation Starlinger a été choisie pour assurer le recyclage de PET. Cette étape est sous contrôle direct de FPR.

La figure 5 présente le schéma de principe du procédé mis en oeuvre par FPR à La Neuve Lyre.



**Figure 5: Schéma de principe du procédé de recyclage thermique**

Aucun additif n'est ajouté au PET au cours des étapes de recyclage thermique. L'unité est en fonctionnement 7 jours sur 7 et 24 heures sur 24.

<sup>2</sup> Un big bag est un conteneur souple en polypropylène ayant un volume d'environ 1.5 m<sup>3</sup>

#### **4.5.1 Préparation matière**

Les paillettes conditionnées en big bag subissent une préparation matière avant leur entrée dans la ligne Starlinger. Premièrement, des paillettes d'origines distinctes sont mélangées pour lisser les variations potentielles de qualité, liées aux différents fournisseurs. Ensuite, elles font l'objet d'un tri optique pour éliminer les paillettes non conformes en couleur et des matières étrangères résiduelles telles que du bois, du sable, des PO, du caoutchouc ou des métaux. La capacité de la section Préparation Matière est d'environ 1,5 t/h. Enfin, elles sont transportées vers le pré-sécheur via un convoyage pneumatique. Les rejets du tri optique sont traités en centre de stockage de déchets non dangereux.

#### **4.5.2 Extrusion et Granulation**

Une fois homogénéisées, les paillettes sont séchées en deux étapes :

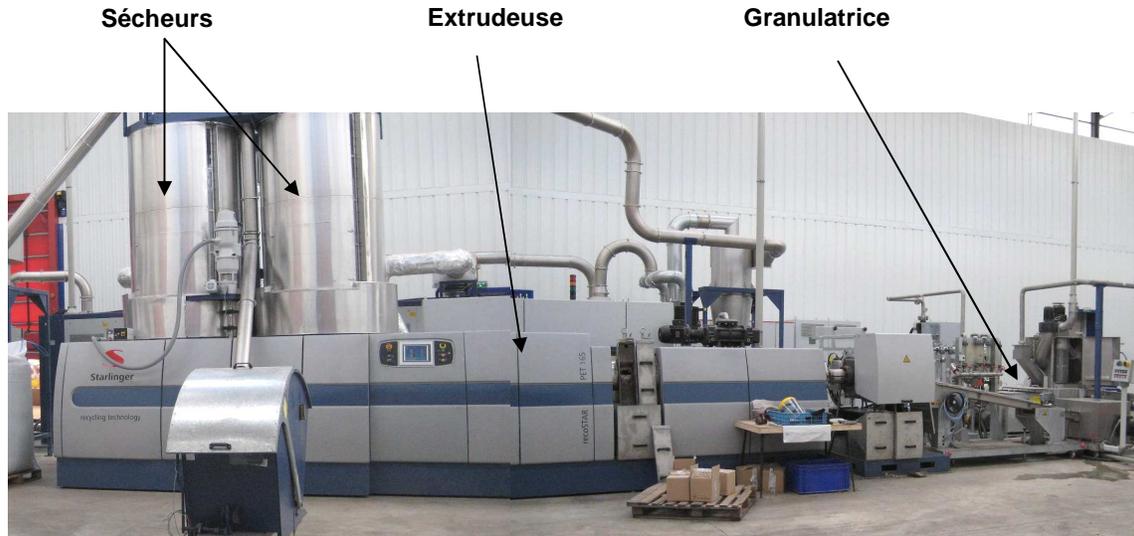
- L'élimination d'eau de surface se fait par pré-séchage à l'air à 100°C pendant environ 30 minutes. Le volume du pré-sécheur est d'un mètre cube.
- Le séchage à cœur est réalisé par insufflation d'air chaud à 140°C et très sec (point de rosée à -40°C) pendant 1h30, dans deux unités formant un volume total de 5,6 m<sup>3</sup>.

L'étape de séchage est importante car la présence d'eau dans le polymère provoque des dégradations. Le niveau d'eau à atteindre dans les paillettes ne doit pas dépasser 200 ppm. (*Firas Awaja et Al 2005*)

Après le séchage est réalisée l'étape d'extrusion. Les paillettes sont fondues à l'aide d'une vis d'Archimède tournant dans un fourreau à 280°C. Le PET fondu sous l'action de la température et de la pression est dégazé sous vide de façon à éliminer les vapeurs de fusion. A l'extrémité de la vis extrudeuse, la matière est filtrée sur tamis métallique avec un seuil de coupure de 60 µm. Cela permet d'écarter des contaminants tels que des matières carbonisées, des éclats de bois ou de métal. La matière passe ensuite à travers une filière pour être mise en forme de joncs d'environ 2 mm de diamètre. Le débit d'extrusion est d'environ 1,2 t/h et le temps de séjour de la matière dans l'extrudeuse est d'environ une minute.

L'étape de granulation se fait après refroidissement des joncs à l'eau. Ces derniers sont arrosés par des atomiseurs d'eau déminéralisée tout en transitant sur un matelas d'eau vers la granulatrice. Des rouleaux tirent les joncs pour alimenter la fraise immergée qui les coupe en morceaux de 3 mm de longueur. Les granulés obtenus correspondent aux granulés amorphes. Ils sont ensuite centrifugés et stockés dans deux silos de 5 m<sup>3</sup> chacun pour

contrôle qualité. Le passage à l'étape suivante ne se fait que si les granulés répondent aux exigences de qualité. Les granulés non conformes sont écartés de la ligne et destinés à d'autres marchés non alimentaires ou à la valorisation.



**Figure 6: Illustration de l'unité de séchage et extrusion**

#### **4.5.3 Cristallisation et Polycondensation à l'état solide**

Une fois le contrôle qualité approuvé, les granulés sont acheminés vers les étapes de cristallisation et de polycondensation. Le flux est divisé en deux pour alimenter en parallèle deux lignes comprenant deux cristalliseurs de 1 m<sup>3</sup> chacun et une unité SSP de 7.5 m<sup>3</sup>.

Le fonctionnement est identique sur les deux lignes. La matière est introduite dans le premier cristalliseur de chaque ligne pour être chauffée à 130°C pendant une heure. Ensuite, elle transite vers le second cristalliseur pour poursuivre la cristallisation à environ 160°C. Pour désagréger les amas de granulés, les cristalliseurs sont équipés d'agitateurs.

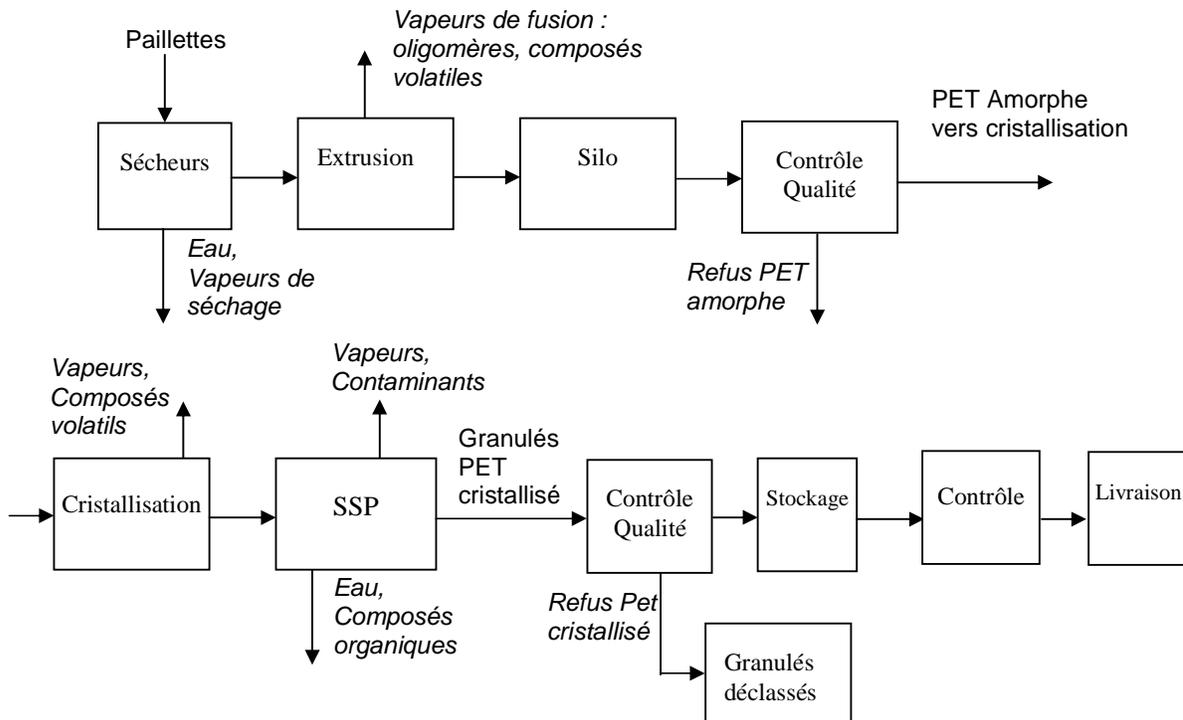
Le changement en structure cristalline évite que les granulés se collent entre eux sous l'effet de leur poids et de la chaleur lors de l'étape postérieure de polycondensation. De plus, cette structure facilite la reprise de viscosité au cours de cette étape.



**Figure 7: Unités de Cristallisation et Polycondensation à l'état solide, ligne 1**

L'objectif de la polycondensation est d'augmenter la viscosité des granulés par allongement de la chaîne de polymère et de décontaminer les granulés pour atteindre une qualité de grade alimentaire. Pour cela, les granulés sont acheminés vers un pré-chauffeur de façon à les porter à 196°C, température de polycondensation. Le temps de séjour dans le réacteur est de minimum 6 heures. Les granulés polycondensés sont récupérés en bas de réacteur et refroidis à environ 70°C. Ils sont ensuite transférés dans un silo de 5 m<sup>3</sup> pour conditionnement en big bag puis stockés dans un entrepôt dédié, à l'abri de la lumière et de l'eau. Il est important de faire baisser rapidement la température des granulés avant conditionnement, non seulement à cause des difficultés que pose la manipulation des granulés à plus de 100 °C, mais aussi parce qu'une température du granulé trop importante favorise l'absorption d'eau atmosphérique.

Le schéma ci-dessous présente une synthèse des étapes d'extrusion et polycondensation.



**Figure 8: Synthèse des étapes d'extrusion-polycondensation**

**4.5.4 Objectifs de traitement du PET**

A l'issue du recyclage thermique, le PET sera utilisé pour fabriquer des nouveaux emballages alimentaires. Il doit par conséquent avoir les mêmes caractéristiques physiques et chimiques que celles d'un PET vierge.

Au cours du traitement, un contrôle est réalisé après extrusion et en sortie de SSP. Les granulés amorphes non conformes sont écartés de la production alimentaire. Le tableau 5 montre les paramètres suivis lors du contrôle des granulés amorphes. Les points noirs sont générés à cause d'infondus ou de matériaux étrangers, tels que le PVC. La quantité de points noirs reflète ainsi des contaminations physiques.

Paramètre	Valeur Cible	Seuil de non-conformité	Méthode d'analyse
Poids moyen de 100 granulés	1,5 g	+/-0,1	Pesée de 100 granulés sur une balance de précision, calcul du poids moyen
Points noirs	<0,5 mm	0,5 mm	Observation de 100 granulés sur plateau éclairé
couleur	L	> 45	/
	a*	-10<a<0	Ce paramètre n'est pas considéré comme un critère de déclassement
	b*	- 3< b <2	/

**Tableau 5: Caractéristiques contrôlées pour le contrôle des granulés amorphes**

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

C'est grâce à la SSP que le PET recyclé peut être destiné au contact alimentaire. Le premier paramètre contrôlé est l'Indice de Viscosité (IV). Ce paramètre reflète les caractéristiques mécaniques du polymère. De plus, si l'IV n'est pas conforme, on s'attend à avoir une mauvaise décontamination. En effet, l'indice de viscosité augmente au cours du temps dans la SSP avec le maintien de la température et du vide. Si ces paramètres sont altérés, l'IV ne sera pas conforme, de même que le taux de contaminants du granulé. On peut considérer l'IV comme un premier indicateur du bon déroulement du procédé.

Paramètre	Valeur Cible	Tolérance	Méthode d'analyse	Référence
Indice de viscosité	Entre 0,74 et 0,82 en fonction des clients	Avec une tolérance de 0,02 pour chaque valeur	Melt Flow Indexer	NF EN ISO 1133
Température de transition vitreuse	77°C	+/- 6°C	Differential Scanning Calorimetry	NF EN ISO 11357-1
Température de fusion	249°C	+/- 6°C	Differential Scanning Calorimetry	NF EN ISO 11357-1
Taux de cristallinité	40%	>40%	Differential Scanning Calorimetry	NF EN ISO 11357-1

**Tableau 6: Paramètres contrôlés lors de la SSP**

Les autres paramètres reflètent aussi la qualité mécanique du PET. Ces derniers ne sont pas contrôlés en routine car ils sont très stables. Des altérations des températures de transition vitreuse et de fusion reflètent la présence d'autres polymères dans la matière. Par ailleurs, le taux de cristallinité peut avoir une influence sur le coefficient de diffusion des composés dans le PET. Le coefficient de diffusion diminue avec l'augmentation du taux de cristallinité.

Concernant les composés organiques, les exigences de l'AFSSA se basent sur la notion de risque tolérable et d'un modèle de prévision de la migration. L'AFSSA a défini une exposition maximale tolérable liée à une concentration maximale tolérable dans les aliments et les matériaux de PET recyclé. Les contaminants du PET seront tolérés à hauteur de 1,5 µg/personne/jour même si leur structure chimique n'est pas connue. Leur évaluation des risques les a conduit à établir une concentration maximale de 1,5 µg contaminant/kg d'aliment ou d'eau conditionnée. Ainsi, grâce à un modèle de prévision (voir annexe 1), la quantité maximale tolérable dans le matériel peut être liée à la concentration maximale dans la denrée alimentaire. Par conséquent, la concentration dans le PET ne doit pas dépasser 4

mg/kg (d'après le modèle de prévision). Si des substances sont détectées à plus de 4 mg/kg, la masse molaire du composé sera déterminé selon la procédure proposée par l'AFSSA. La détermination de la masse molaire permettra de voir si la concentration trouvée pour ce composé est acceptable ou pas selon le modèle de prévision de l'AFSSA. Dans le cas de l'acétaldéhyde, la concentration ne devra pas dépasser 1 ppm. L'acétaldéhyde diminue rapidement la qualité organoleptique des boissons contenues dans une bouteille qui aurait un taux d'acétaldéhyde trop important. De plus, ce composé est un traceur d'une dégradation trop importante du PET.

#### **4.5.5 Elimination des contaminants générés lors du procédé de recyclage thermique**

Au cours des étapes de séchage et d'extrusion, l'air chargé de composés organiques est évacué vers des condenseurs. Comme le circuit est ouvert, il n'y a pas de risques de concentration. Les condensats sont ensuite traités en tant que Déchets Industriels Spéciaux. De même, les cristalliseurs et le SSP sont équipés d'évacuations de gaz de façon à éliminer les substances volatilisées lors du traitement thermique du PET.

#### **4.5.6 Autres sources de contamination potentielles lors du recyclage thermique**

##### ***Eau de process***

L'eau introduite dans le procédé Starlinger provient du réseau d'eau potable de La Neuve Lyre. Avant utilisation, l'eau est déminéralisée par résine échangeuse d'ions. Le contact avec les granulés recyclés a lieu lors de l'étape de granulation. Le temps de contact est très court, de l'ordre de la minute. L'introduction de contaminants dans le process à travers l'eau serait liée à une pollution chimique du réseau. La surveillance de la qualité de l'eau potable du réseau est assurée par les autorités compétentes. Le risque de contamination du process est donc limité par le caractère potable de l'eau et par le court temps de contact.

##### ***Lubrifiants***

En fonctionnement normal, la matière n'est pas en contact avec les zones lubrifiées de l'installation. Une contamination peut avoir lieu après une période de maintenance ou une intervention ponctuelle sur l'unité. En mesure de prévention, les premiers batchs réalisés après un arrêt sont écartés de la production de grade alimentaire. De plus, pour limiter les risques de contamination, les opérateurs chargés de la maintenance bénéficient de formations pour l'application des bonnes pratiques d'hygiène lors des interventions. Il leur est aussi recommandé d'utiliser la quantité juste et nécessaire de lubrifiants.

***Défaillances de l'unité Starlinger***

Une stabilisation partielle du procédé a été atteinte à partir du mois de juin 2008 avec une capacité de fonctionnement de 19 t/jour (en pleine capacité, la production peut atteindre 24 t/jour). Par conséquent, FPR ne dispose pas encore d'un recul suffisant pour faire une analyse de défaillances.

Néanmoins, lors de cette première phase de stabilisation, les points sensibles ayant le plus d'influence sur la performance de l'unité ont été identifiés :

- le maintien du vide dans le réacteur SSP
- l'entretien des vannes (maintenance de premier niveau)

Le défaut de vide est principalement causé par l'obstruction par des granulés des conduites reliant l'unité de vide poussé au réacteur. Pour cela, un système automatique d'alerte a été mis en place pour signaler toute infiltration de granulés.

L'entretien du système de vannes est lié à la bonne gestion de la maintenance de premier niveau avec du personnel qualifié et au respect des recommandations fournisseur. Un suivi systématique est réalisé grâce à un cahier de suivi des opérations.

## **5 Evaluation du risque sanitaire**

Comme présenté dans le paragraphe 3, une analyse de risque selon le référentiel HACCP tel que défini par le Codex Alimentarius est réalisée.

### **5.1 Identification des dangers**

Les dangers sont définis comme les substances chimiques pouvant se retrouver dans le PET après le processus de recyclage et pouvant potentiellement migrer vers la denrée alimentaire. La voie d'exposition est par conséquent la voie orale. Le Comité Scientifique de l'alimentation humaine considère que les composés de poids moléculaire de 1000 g/mol et au-delà ne sont pas absorbés par le tractus digestif. Il faut par conséquent rechercher les molécules de poids moléculaire inférieur. (*A. Feigenbaum 1998*)

Les contaminants du PET ont différentes origines :

- Les contenus résiduels de la bouteille et leurs produits de dégradation ;
- Les composés introduits lors de la collecte, tri et lavage ;
- Les produits de dégradation du PET générés lors du procédé de recyclage thermique.

#### **5.1.1 Contenus résiduels de la bouteille**

Comme démontré dans le paragraphe 4, il est difficile d'établir une liste de contaminants récurrents pouvant migrer vers le PET suite à une utilisation secondaire de la bouteille pour contenir d'autres liquides. Les composés identifiés le plus souvent sont ceux liés à une utilisation normale de la bouteille : conservateurs et arômes.

Les colles, pigments et encres utilisés pour le conditionnement de la bouteille doivent répondre aux exigences sanitaires imposées par l'UE et la France. Par conséquent ces produits ne devraient pas être présents à des concentrations représentant un risque pour la santé.

#### **5.1.2 Composés introduits lors de la collecte, tri et lavage**

Comme présenté dans le paragraphe 4, les seuls additifs ajoutés lors du processus de recyclage sont les tensioactifs, anti-mousses et détergents. D'autres composés peuvent être introduits de façon accidentelle lors du transport ou du stockage.

### **5.1.3 Produits de dégradation du PET**

*(Firas awaja et Al. 2005, Villain et Al. 1994, Gianotta et Al. 1994, Paci et Al. 2005, De A. Freire et Al. 1999, Assadi et Al. 2004)*

Lors de l'extrusion, le PET est fondu à 280°C. A cette température, la matière subit des dégradations de type thermique, thermo-oxydante et chimique (hydrolyse). Lorsque les températures dépassent la température de fusion du PET (255 °C) des modifications de la structure du PET ont lieu.

La dégradation commence par une scission de la chaîne polymérique principale. L'hydrolyse du PET augmente la concentration en groupements de fin de chaîne de type carboxyle et hydroxyle. La dégradation thermique induit une augmentation de la concentration des groupements de fin de chaîne carboxyle et vinyl ester. L'augmentation globale de groupements carboxyle rend le PET moins stable thermiquement et par conséquent augmente la dégradation.

Les paramètres suivants peuvent influencer le taux de dégradation du PET lors du recyclage :

- La présence d'eau provoque une hydrolyse de la chaîne polymérique. Plus la quantité d'eau est importante, plus le PET est dégradé. Cela résulte en une perte de masse molaire et une génération de produits de dégradation tels que l'acétaldéhyde, l'éthylèneglycol, le diéthylèneglycol, le formaldéhyde et l'acide téréphtalique.
- L'action conjuguée de la température et de l'oxygène vont aussi générer des produits de dégradation. Des traceurs de ce type de dégradation sont les acides diphenyl carboxyliques
- La présence de certains composés acides peut catalyser la dégradation du PET. Les colles et les encres contiennent des acides rosiniques et abiétiques. De même, le PVC se décompose rapidement à partir de 230°C, se carbonise et produit de l'acide chlorhydrique. Ces composés catalysent les réactions de coupures de chaîne polymérique et donc induisent la fabrication de produits de dégradation. Par conséquent, leur élimination doit être assurée lors des étapes de tri et de lavage précédant l'extrusion.

## CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER

Le tableau ci-dessous résume les principaux produits de dégradation du PET de faible masse moléculaire. Les composés volatils vont être bien éliminés lors du traitement thermique grâce à l'évacuation constante des gaz et à la température de réaction. Les composés les plus volatils ont des coefficients de diffusion plus importants. A partir d'une masse molaire de 130 g/mol on considère que le composé diffuse très lentement dans l'eau. (AFSSA 2006)

Composé	Nro. CAS	Masse molaire	Température d'ébullition en °C (à la pression atmosphérique)	Pressions de vapeur	Autres caractéristiques
Formaldéhyde	50-00-0	30,03	-20	517-519 kPa à 25°C	Très volatil, très soluble dans l'eau, cancérigène pour les humains, classé 1 (CIRC)
Acétaldéhyde	75-07-0	44,05	20,16	44 kPa à 0°C 278,4 kPa à 50°C 1014 kPa à 100°C	Très réactif. Classé cancérigène suspecté, classé 2B (CIRC)
Acétone	67-64-1	58,80	56,1	24,7 kPa à 20°C 54,6 kPa à 40°C 112,0 kPa à 60°C 226,6 kPa à 80°C	Très volatil et complètement miscible avec l'eau.
Ethylèneglycol	107-21-21	62,07	197,5	1,33 kPa à 90,60°C 5,32 kPa à 118,7 13,3 kPa à 140°C 199,5 kPa à 221°C	Soluble dans l'eau.
Dioxolanne	646-06-0	74,09	74	9,3 kPa à 20°C	Miscible dans l'eau
Dioxanne	123-91-1	88,12	101	4 kPa à 20°C	Effet cancérigène suspecté, cancérigène 3 (UE), 2B (CIRC)
Diéthylène glycol	116-46-6	106,10	245	0,26 Pa à 0°C 133,3 Pa à 91,8°C 2,6 kPa à 148°C	Miscible dans l'eau, peu volatil
Acide téréphtalique	100-21-0	166,13	Point de sublimation : 402 °C	< 1 Pa à 20°C	Insoluble dans l'eau, non volatil

**Tableau 7 : Principaux composés volatiles dégagés lors de la dégradation du PET au cours du recyclage thermique** (Frank Villain et Al 1993, Maria Teresa De A. Freire et Al 1999, Dawrocki et Al 2002, Firas Awaja et Al 2005, M.Mutsuga et Al 2005)

### 5.1.4 Caractérisation des paillettes, granulés amorphes et polycondensés

#### ***Evaluation de l'Institut Fraunhofer***

L'institut Fraunhofer est le laboratoire allemand de référence pour la conformité des polymères et du papier. Des caractérisations de paillettes, granulés amorphes et granulés SSP ont été réalisées dans le cadre d'un processus d'évaluation du procédé de recyclage de

La Neuve Lyre par l'Institut Fraunhofer. Cela a conduit à une permission de mise sur le marché allemand, néerlandais ainsi que sur le marché des pays nordiques.

Un screening des composés organiques dans le PET recyclé a été réalisé pour le comparer au screening du PET vierge. Le screening a été effectué sur 40 échantillons de paillettes de PET réceptionnées à La Neuve Lyre, de granulés amorphes et granulés SSP produits au cours du mois de juin 2008.

→ Analyse de substances organiques volatiles

Les composés volatils ont été déterminés par analyse d'espace de tête couplé à une chromatographie gazeuse à détection par ionisation de flamme (GC/FID). Le but était d'identifier des substances qui seraient présentes uniquement dans le PET recyclé et non dans le PET vierge.

Que ce soit pour les paillettes, les granulés amorphes et SSP, les composés retrouvés systématiquement sont l'acétaldéhyde (temps de rétention - *Rt* - de 1.8 min), le 2-méthyl-1.3-dioxolane (*Rt* de 2.6 min) et l'éthylèneglycol (*Rt* de 3 min).

→ Screening des composés organiques non volatils

La méthode développée par l'Institut Fraunhofer permet de détecter des composés de masse moléculaire comprise entre environ 150 g/mol et 850 g/mol. Pour cela, une extraction au Dichlorométhane (DCM) est réalisée suivie d'une analyse de l'extrait par GC/FID. Les résultats montrent la détection d'un seul composé majoritaire : un trimère cyclique du PET. Ce composé est retrouvé dans tous les extraits d'échantillons, avec une intensité équivalente entre le PET recyclé et le PET vierge.

***Analyse Pira International: métaux lourds***

Ce laboratoire anglais est référencé pour l'analyse de matériaux d'emballage et l'accompagnement pour répondre aux exigences réglementaires européennes et américaines (USA) en matière d'emballages. Il est accrédité ISO 17025 par UKAS. Dans le cadre d'une qualification du PET recyclé pour un client, une recherche de métaux lourds (Pb, Cd, Hg et Cr) a été effectuée dans des granulés de PET recyclés.

Le seul composé détectable était le chrome avec un taux de 0.8 mg/kg de PET.

***Discussion***

Le screening permet d'observer les différentes substances qui peuvent se retrouver dans le PET. La technique d'analyse par Headspace couplée à une GC/MS nécessite la chauffe de

l'échantillon à environ 200°C et elle permet de détecter des composés de masse moléculaire allant jusqu'à 350 g/mol. Le PET est un polymère assez résistant à la température. A 200°C, les dégradations subies sont limitées par conséquent, les valeurs obtenues ne devraient pas être surestimées. Néanmoins, le point important est que les mêmes composés sont retrouvés dans le PET vierge et le PET recyclé lors de l'analyse par espace de tête couplée à un GC/FID. L'analyse des composés extractibles nécessite une étape d'extraction au cours de laquelle des pertes peuvent avoir lieu. De plus, on s'attend à avoir une faible quantité de composés non volatils dans le PET étant donné que ces composés sont moins susceptibles de migrer dans la matière et resteront adsorbés près de la surface. Par conséquent ils pourront être éliminés lors des étapes de lavage et décomposés lors des étapes thermiques.

Les métaux lourds Pb, Cd, et Hg n'ont pas été retrouvés à des quantités détectables dans le PET. Le chrome détecté ne peut pas provenir du PET mais d'une contamination externe. La réglementation européenne impose une limite de 100 mg/kg pour l'ensemble des métaux recherchés. Or, cette réglementation a un caractère environnemental, le but étant de ne pas enrichir l'environnement en métaux lourds à travers des déchets plastiques pouvant en contenir. Il existe peu de littérature sur la présence de métaux dans le PET autres que ceux utilisés comme additifs de fabrication (antimoine, germanium et titane). D'après la FDA, les sels de métaux ne sont pas adsorbés dans le PET comme le sont les composés organiques. De plus, les tests de migration sur métaux ont montré l'absence de migration dans les simulants de denrées alimentaires. (*Use of Recycled plastics in food packaging: Chemistry Considerations, FDA 2006*)

### **5.1.5 Tests de migration**

Le consommateur peut être exposé aux contaminants du PET, seulement s'ils se retrouvent dans la denrée alimentaire. Pour cela il faut que le composé chimique ait migré du PET pour atteindre la denrée.

Toujours dans le cadre de la qualification du PET recyclé pour la mise sur le marché dans les pays nordiques, l'Allemagne et les Pays-Bas, ainsi que pour la qualification à la demande d'un client, des tests de migration ont été réalisés.

L'objectif des analyses était de déterminer des migrations spécifiques pour des composés chimiques donnés et un taux de migration globale. La migration globale est définie comme la masse cédée par un matériau à un aliment ou à un milieu simulateur. La migration spécifique

correspond à la mesure de la quantité d'un ou plusieurs composés chimiques identifiés cédés par le PET au simulant de denrée alimentaire.

Le test de simulation de contact du PET avec la denrée alimentaire est réalisé dans des conditions considérées comme défavorables. Pour simuler le contact avec tout type de boissons non alcoolisées gazeuses ou non, le PET est mis en contact avec un mélange aqueux d'acide acétique à 3% pendant 10 jours à 40°C, tel que défini par la Directive 82/711/CE (modifiée par les Directives 93/8/CEE et 97/48/CE). On considère ainsi que les conditions de contact dans les pires conditions d'emploi prévisibles correspondent à une température comprise entre 20 et 40°C et à un temps de contact supérieur à 24 heures. De même, pour simuler le contact avec des boissons alcoolisées, le PET est mis en contact avec une solution d'éthanol à 10% à 40°C pendant 10 jours.

Les résultats de l'Institut Fraunhofer montrent un taux de migration global maximum de 1 mg/kg de simulant pour le simulant de boissons alcoolisées (valeur moyenne) et de 1.0 mg/kg de simulant pour les boissons non alcoolisées. Ces valeurs sont largement inférieures à la limite réglementaire de 60 mg/kg.

L'analyse des composés métalliques<sup>3</sup> a donné des résultats inférieurs à la limite de quantification (de 0.005 mg/l à 0.01 mg/l en fonction des composés) pour tous les composés analysés sauf pour le zinc. Ce dernier présente un taux moyen de 0.07 mg/l tandis qu'il n'était pas détectable dans le blanc (LQ=0.01mg/l). La réglementation sur les eaux destinées à la consommation humaine stipule que la concentration en zinc dans l'eau potable de doit pas dépasser 5 mg/l.

Des tests de migration du laboratoire Pira International ont été réalisés au cours du mois de mai 2008 sur des bouteilles de PET 100% recyclés. Les bouteilles ont été remplies d'une solution d'acide acétique à 3% puis placées à 40°C pendant 10 jours. L'objectif était de déterminer le taux global de migration et les migrations spécifiques de l'antimoine, de l'acide téréphtalique (TPA) et isotéréphtalique (IPA), de l'éthylène glycol (EG) et du diéthylène glycol (DEG), qui sont des composés typiques du PET. Le rapport surface/volume était égal à 6.8.

Le tableau 8 résume les tests mis en œuvre par Pira et les résultats.

---

<sup>3</sup> Composés recherchés : Argent, Arsenic, Or, Baryum, Béryllium, Bismuth, Cadmium, Cobalt, Chrome, Césium, Cuivre, Mercure, Lithium, Manganèse, Molybdène, Nickel, Plomb, Platine, Antimoine, Sélénium, Etain, Strontium, Tellurium, Thallium, Titane, Uranium, Vanadium, Tungstène, Zinc, Zirconium.

Test	Résultats	Limites 2002/72/CE
Migration Globale	1,3 mg/kg	60 mg/kg
Mig. Spéc. EG et DEG	<6,0 mg/kg (LD)	30 mg/kg
Mig. Spéc. TPA et IPA	TPA : <1,0 mg/kg d'acide IPA : <1,0 mg/kg (LD)	TPA : 7,5 mg/kg IPA : 5 mg/kg
Mig. Spéc. Antimoine	0,04 mg/kg	0,4 mg/kg

**Tableau 8 : Tests de migration Laboratoire Pira International**

### ***Discussion***

Les tests de migration Fraunhofer ont été réalisés sur granulés avec un rapport surface/volume égal à 10. Ce rapport est retrouvé pour les bouteilles de 33 cl et correspond au maximum de surface de contact avec l'eau trouvé sur le marché. Les résultats montrent que le PET recyclé n'a pas enrichi l'eau en composés inorganiques. Seul le zinc a été détecté à une teneur de 0.07 mg/l, valeur inférieure aux exigences réglementaires. Le zinc ne rentre pas dans la composition du PET. Une contamination a peut-être eu lieu lors de la vie précédente du PET, du transport de paillettes ou lors de l'analyse.

Les tests Pira montrent que les composés typiques du PET n'ont pas migré dans l'eau dans des quantités détectables sauf pour l'antimoine détecté à des valeurs inférieures aux limites établies pour le PET qu'il soit vierge ou recyclé.

Ces résultats montrent que le PET recyclé ne cède pas ses composés de base en des quantités pouvant être dangereuses pour la santé.

Les tests de migration doivent simuler le contact avec des denrées alimentaires dans des conditions normales d'utilisation du PET. Ils devraient être mis en œuvre préférablement dans des bouteilles pour se mettre dans des conditions les plus proches de la réalité. Dans les tests sur granulés, la surface de contact est équivalente à celle d'une bouteille, mais le contact entre les granules peut modifier la diffusion des composés dans l'eau. Pour ce qui concerne la température des tests, elle représente une fourchette plutôt pessimiste des conditions de stockage et de transport. En général, les bouteilles sont conservées à l'abri de la lumière, et dans des lieux frais et secs et la température de consommation des boissons est rarement au-dessus de 20°C. Les bouteilles peuvent être exposées à des températures de l'ordre de trente degrés, par exemple, si elles restent stockées dans des voitures au soleil. Cependant, la durée de contact du test est très inférieure à la durée de contact réelle de la boisson avec la bouteille. En général, on considère que les bouteilles peuvent être consommées par le particulier jusqu'à trois semaines après leur production, sans compter le

temps de stockage au domicile. (Feron et Al, 1994). Or comme la température élevée des tests facilite la migration et la solution d'acide acétique est plus mouillante que l'eau, on peut considérer que la réduction du temps de contact est compensée par les deux autres paramètres.

La réalisation de tests de migration est intéressante pour qualifier un procédé en cours de démarrage ou bien pour évaluer ponctuellement la qualité des granulés produits. Il est plus pertinent que les tests soient réalisés par les embouteilleurs qui disposent du matériel nécessaire pour réaliser des tests normalisés et souffler des bouteilles. De plus, pour exploiter les tests de migration, des corrélations doivent être établies entre la concentration dans l'eau et la concentration dans le PET. Ainsi, l'industriel pourra demander à réaliser des tests de migration dans le cadre de la qualification par de nouveaux clients ou bien pour évaluer le changement d'un paramètre du procédé ou l'ajout d'une nouvelle composante.

### **5.1.6 Challenge Tests**

Pour évaluer le pouvoir décontaminant de l'unité, un challenge test a été réalisé à La Neuve Lyre le 3 et 4 juillet 2008, en coordination avec le CTCPA.

Les Challenge Tests ont pour objectif d'évaluer le pouvoir décontaminant du procédé en simulant une contamination de paillettes de PET vierges. Les tests ont été réalisés selon les recommandations de l'AFSSA (voir annexe 1).

#### ***Déroulement du Challenge test***

Premièrement, des paillettes de PET vierge ont été imprégnées d'un cocktail de cinq substances modèles simulant une contamination de façon à avoir une concentration comprise entre 500 et 1000 mg/kg. L'imprégnation a été réalisée avec du dichlorométhane (DCM) pour faciliter l'introduction des cinq substances modèles dans le PET. Les substances modèles utilisées sont présentées dans le tableau 9.

<b>Composé</b>	<b>Numéro CAS</b>	<b>Masse molaire</b>	<b>Caractéristiques</b>
Toluène	108-88-3	92	Volatil, apolaire
Phénol	108-95-2	94	Non volatil, polaire
Chlorobenzène	108-90-7	113	Volatil, moyennement polaire, agresse le PET
Limonène	138-86-3	136	Non volatil et apolaire
Benzophénone	119-61-9	182	Non volatil, polaire

**Tableau 9:Substances modèles Challenge Test (AFSSA 2006, Franz and Welle 2002)**

Après imprégnation et vérification de la concentration en simulants, la ligne de recyclage de PET. Le lot préparé avait une masse de 1.5 tonnes. Les conditions opératoires ont été les mêmes que celles mises en œuvre en fonctionnement normal. Des échantillons de paillettes imprégnées, de granulés amorphes et de granulés SSP ont été prélevés tout au long du challenge test. L'extrusion a duré environ 1h20. 6 échantillons ont été prélevés à environ 10 minutes d'intervalle. Les échantillons issus du module de SSP ont été prélevés de façon à avoir différents temps de séjour dans l'unité de polycondensation. Ainsi, après 5 heures dans la SSP, le premier échantillon a été prélevé. Ensuite, un échantillonnage horaire a été réalisé jusqu'à atteindre 10 heures de polycondensation. De cette façon, le temps de séjour minimum dans la SSP pour avoir une décontamination peut être déterminé.

Les échantillons ont été ensuite transmis au CTCPA pour analyse.

Pour que le procédé soit conforme aux exigences sanitaires de l'AFSSA, les taux de décontaminations suivants doivent être atteints :

Composé		Taux de décontamination
1	Toluène	99%
2	Phénol	99%
3	Chlorobenzène	99%
4	Limonène	99%
5	Benzophénone	90%

**Tableau 10: Taux de décontamination exigés par l'AFSSA**

Cela signifie qu'au maximum 1% de la quantité initiale présente dans les paillettes des composés 1 à 4 peuvent être retrouvés dans le granulé en sortie de SSP. Comme la benzophénone a un potentiel migratoire moins important, au maximum 10% de la quantité initiale présente dans les paillettes peuvent être retrouvés dans les granulés recyclés.

### **Résultats**

Le CTCPA n'a pas encore rendu les résultats officiels. Un rendu préliminaire a été réalisé. Le compte-rendu final sera réceptionné au cours du mois de septembre.

Les premiers résultats montrent qu'au bout de six heures de SSP, les taux de décontamination exigés par l'AFSSA sont atteints.

### **Discussion**

Les premiers résultats transmis par le CTCPA montrent que le procédé est capable de décontaminer le PET avec un temps de séjour minimum dans la SSP de 6h. Ce résultat est cohérent avec les résultats obtenus par Starlinger dans le cadre de l'homologation de son

process 'extrusion-polycondensation' par la FDA (Agence Américaine de sécurité des aliments et des médicaments). En effet, Starlinger a mené une démarche d'agrément auprès de la FDA. Des challenge tests similaires ont été réalisés et ont démontré qu'avec 6 heures de SSP, le taux de décontamination exigé était atteint. Le procédé Starlinger a obtenu une lettre de non-objection, ce qui démontre que la FDA considère que le procédé Starlinger peut décontaminer le PET usagé et peut produire des granulés de PET recyclés. Cette lettre est présentée en annexe 3.

Les Challenge tests ont pour but de démontrer le pouvoir décontaminant du procédé. Pour cela une contamination des paillettes est réalisée à de fortes concentrations. Or, le taux de contamination du PET issu de la consommation des ménages n'atteint pas ces niveaux (AFSSA 2006, FDA 2006). Néanmoins, des calculs plus précis pourront être réalisés avec des fortes concentrations comme celles employées dans les tests.

La question soulevée concerne alors les contaminations à de basses concentrations qui sont plus représentatives des contaminations réellement rencontrées. Un test de ce type pourrait être difficilement réalisable à cause des limites analytiques. Les substances trouvées dans les granulés recyclés en fonctionnement normal sont à des concentrations très basses, de l'ordre de la limite de détection. De plus, une très basse concentration de contaminant dans le PET donnerait une concentration encore plus basse dans la denrée alimentaire à condition que la substance migre. Elle serait par conséquent difficilement détectable et dans tous les cas inférieurs aux seuils associés à un risque sanitaire.

L'utilisation des cinq substances modèles de masses molaires différentes, de volatilité et de polarité différentes a pour but de représenter un large spectre de contaminants potentiels. Il n'est pas nécessaire d'inclure des composés de masse molaire plus importante puisque leur migration est beaucoup plus lente. Ils vont difficilement se retrouver dans l'aliment. Par conséquent, ils représentent un danger moindre pour le consommateur. De même, les composés de faible masse moléculaire et volatiles vont difficilement survivre au procédé de recyclage thermique et ne se retrouveront pas dans la denrée alimentaire.

Enfin, les challenge tests permettent de voir la capacité de l'unité à décontaminer le PET. Du point de vue sanitaire, c'est une façon de démontrer que le procédé est capable de décontaminer le PET et une assurance pour les acheteurs de granulés recyclés. Les challenge tests réalisés dans d'autres pays européens et aux Etats-Unis diffèrent dans les contaminants utilisés. Cependant, le principe reste le même. Ainsi, les procédés testés à l'étranger peuvent être facilement comparables.

### **5.1.7 Conclusion de l'identification des dangers**

Grâce à l'analyse du procédé, la revue bibliographique et les caractérisations réalisées, les dangers identifiées correspondent à :

- Des composés chimiques majoritairement issus de la dégradation du PET lors du procédé du recyclage : acétaldéhyde, éthylène glycol et dioxolane (avec leurs précurseurs et dérivés)
- Des objets ou contaminants physiques pouvant se retrouver dans le flux de PET. Ils peuvent être à l'origine de dangers de façon indirecte soit par l'endommagement de l'équipement, soit par la catalyse de réactions de dégradation.

Les substances chimiques potentiellement présentes dans le PET liées à une contamination en amont seront considérées comme des dangers chimiques amenés par les paillettes lors de la réception de celles-ci sur le site de La Neuve Lyre.

Dans la logique de la démarche HACCP, la génération d'un danger ou la prévention de celui-ci doit être reliée à chaque étape du procédé. Pour cela un diagramme du procédé cohérent avec la réalité du site doit être établi. Le diagramme correspondant aux étapes mises en œuvre sur le site de La Neuve Lyre est présenté ci-dessous.

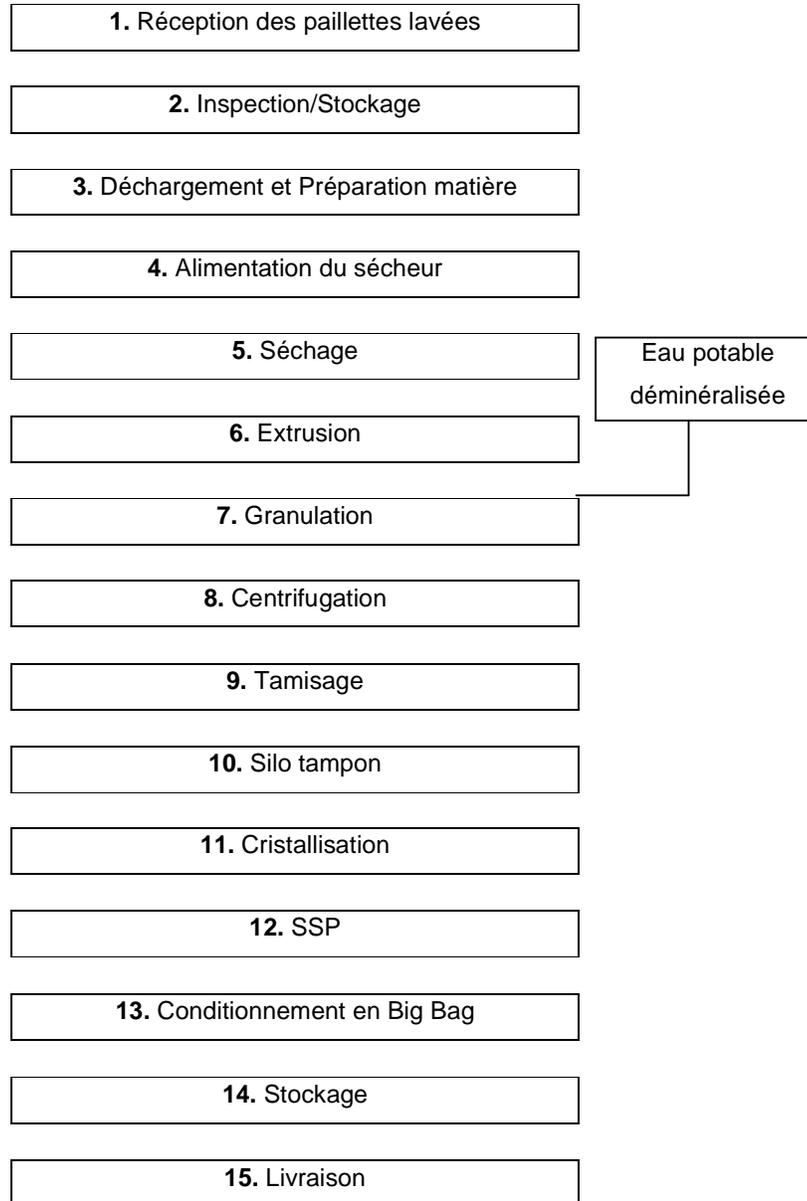
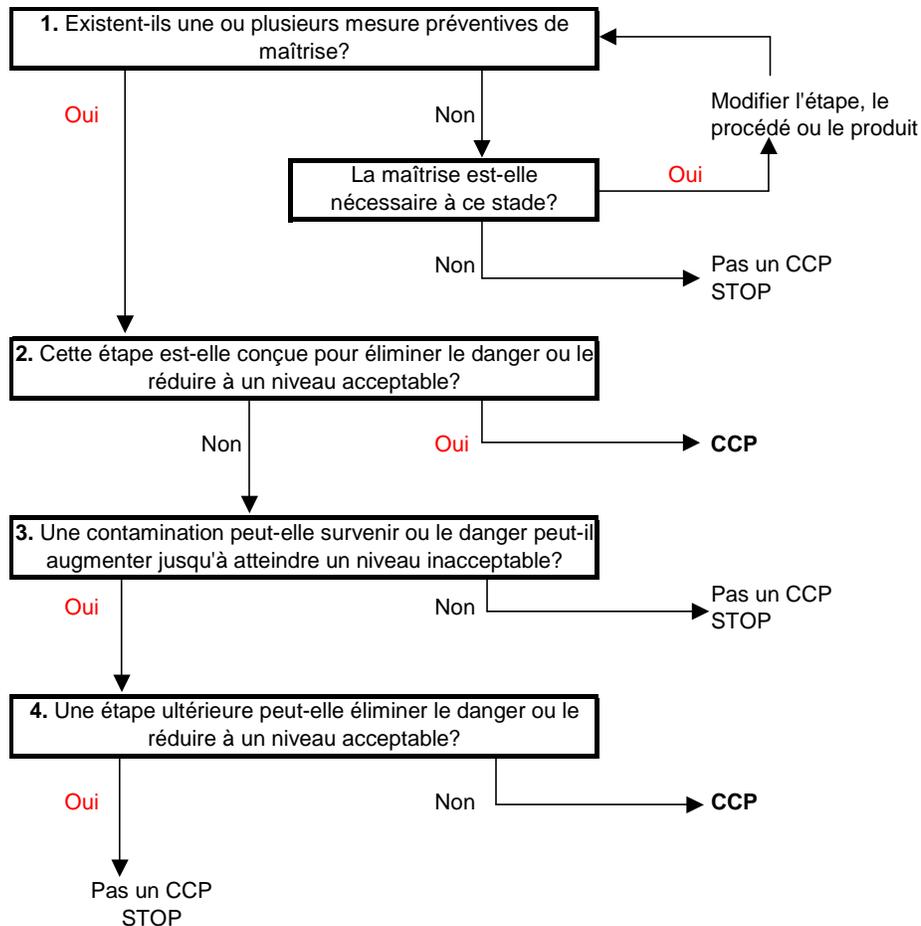


Figure 9 : Diagramme du processus de Recyclage thermique de PET de La Neuve Lyre

## 5.2 Détermination des points critiques

La détermination des points critiques est le second principe du système HACCP. Le Codex Alimentarius définit un point critique comme « *une étape à laquelle une mesure de maîtrise peut être appliquée et qui est essentielle pour prévenir et éliminer un danger de sécurité sanitaire [...] ou le réduire à un niveau acceptable* ». D'une part, l'utilisation de l'arbre décisionnel présenté ci-après facilite la détermination des points critiques.



**Figure 10: Arbre décisionnel pour l'identification des points critiques (FAO)**

Le tableau d'analyse des points critiques est présenté en annexe 4. Le résumé des points critiques identifiés est exposé dans le tableau 9. Les dangers pris en compte sont soit des dangers chimiques (signalés par C sur le tableau, soit des dangers physiques, signalés par P). Certaines défaillances ou situations de contamination sont directement liées à la maintenance régulière de l'équipement, au respect des recommandations fournisseur et aux obligations d'hygiène du personnel. Ces étapes s'inscrivent dans le cadre des bonnes pratiques de fabrication (BPF).

### 5.2.1 Les limites critiques

Pour maîtriser les points critiques, des limites critiques sont établies. Elles permettent de définir un seuil d'acceptabilité du paramètre lié au danger. Le maintien des paramètres en deçà des limites critiques garantissent la production de PET de grade alimentaire. Le suivi des limites critiques devra s'inscrire dans le système d'assurance qualité. Les limites critiques du procédé sont présentées dans le tableau 9.

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

CCP	Etape/ Intrant	Danger	Mesures de maîtrise	Limite Critique
1	<b>3. Préparation matière</b> (Tri optique)	C- élimination insuffisante d'autres matières plastiques dont le PVC P- élimination insuffisante d'autres corps étrangers (métaux, bois...)	Contrôle du rétrolavage et vitesse de changement des filtres qui augmentent avec le taux de contamination	Changement des filtres toutes les 4 heures en fonctionnement normal
2	<b>5. Séchage</b>	C- élimination insuffisante de l'humidité résiduelle des paillettes	Contrôle conditions d'opération (température, temps de séjour, point de rosée)	Température matière <100°C Augmentation de 15°C de la température du point de rosée. Débit d'air de séchage : 2000 m3/h
3	<b>6. Extrusion</b>	C- génération de produits de dégradation et élimination insuffisante des gaz de fusion	Oui :suivi des conditions opératoires (température,niveau de dépression)	Variation de température > +/-20°C Pression>15 mbar
4		P-élimination insuffisante des infondus et autres matières étrangères	Oui : suivi conditions opératoires, suivi du niveau de pression filtre et du déclenchement du rétrolavage, changement régulier des filtres	Changement des filtres toutes les 4 heures minimum
5	<b>8. Centrifugation</b>	C- élimination insuffisante de l'excès d'eau	Oui : Inspection visuelle et nettoyage de la centrifugeuse, mesure taux d'humidité des granulés amorphes avant envoi vers cristalliseur	Au toucher, les granulés doivent être secs
6	<b>12. SSP</b>	C- Décontamination insuffisante (traceur : reprise de viscosité insuffisante)	Oui : suivi des paramètres d'opération (température, temps de séjour et maintien du vide dans le réacteur)	Lim. Basse temp. 190°C Lim. Haute temp : 220°C : Pression = 8 mbar Temps de séjour : min 6h IV : entre 0.76 et 0.82 +/- 0.02 Composés organiques : limites AFSSA (4mg/kg)

**Tableau 11 : Points critiques du procédé de recyclage thermique**

### 5.3 Gestion du risque : les actions de maîtrise

Lorsque le CCP présente une dérive en dépassant la limite critique, des actions correctives doivent être mises en œuvre. Parallèlement à l'action corrective, une procédure d'identification, d'isolation et d'évaluation du produit doit être réalisée.

Les actions correctives proposées sont présentées dans le tableau ci-dessous.

CCP	Etape/ Intrant	Danger	Limite Critique	Mesure appliquée
1	3.Préparation matière (tri optique)	C- élimination insuffisante d'autres matières plastiques dont le PVC P- élimination insuffisante d'autres corps étrangers (métaux, bois...)	Changement des filtres toutes les 4 heures	Vérification du bon fonctionnement du tri optique, Vérification du taux de contaminants des paillettes
2	5. Séchage	C- élimination insuffisante de l'humidité résiduelle des paillettes	Température matière <100° Augmentation de 15°C de température point de rosée. Débit air chaud <2000 m3/h	Augmentation du temps de séjour du séchage sur le batch où la déviation a été observée
3	6. Extrusion	C- génération de produits de dégradation et élimination insuffisante des gaz de fusion	Variation de température > +/-20°C pression ≥15 mbar	Niveau de vide non atteint : vérification de l'étanchéité
4		P-élimination insuffisante des infondus et autres matières étrangères	Changement des filtres toutes les 4 heures maximum	Vérification de la température d'extrusion et du taux de contaminant des paillettes
5	8. Centrifugation	C- élimination insuffisante de l'excès d'eau	Au toucher, les granulés doivent être secs	Inspection centrifugeuse, Augmentation du temps de séjour dans le cristalliseur, Contrôle des substances organiques sur ce batch, en dehors du contrôle de routine
6	12. SSP	C- Décontamination insuffisante (traceur : reprise de viscosité insuffisante)	Lim. Basse temp. 190°C Lim. Haute temp : 220°C : Pression = 8 mbar Temps de séjour : min 6h IV : entre 0.76 et 0.82 +/- 0.02 Composés organiques : limites AFSSA	Vérification de l'étanchéité, contrôle impératif des substances organiques sur ce batch, en dehors du contrôle de routine. Si nécessaire, déclassement du lot.

**Tableau 12: Points critiques et mesures de maîtrise**

Les actions de maîtrise peuvent s'inscrire dans le Système d'Assurance Qualité mis en place sur la ligne de recyclage thermique. Comme l'unité est en fin de période d'ajustements, le plan de suivi qualité est en cours de définition. Ainsi les limites critiques établies peuvent servir à établir les tolérances du SAQ.

Le tableau ci-dessous montre les paramètres de fonctionnement normal et les seuils de tolérance définis à partir des limites critiques.

CCP	Etape/ Intrant	Limite Critique	Paramètre en fonctionnement normal	Tolérance
1	3.Préparation matière (tri optique)	Changement des filtres toutes les 4 heures	Changement des filtres toutes les 4 heures	Pas de tolérance
2	5. Séchage	Température matière <100°C Augmentation de 15°C de température Débit d'air chaud : 2000 m3/h	Température matière : 150°C Débit d'air chaud : 2200 m3/h Température point de rosée : -40°C	Température matière :120°C Débit d'air chaud :2100m3/h Température point de rosée : -30°C
3	6. Extrusion	Variation de température : > +/-20°C pression ≥15 mbar	Température matière : 280°C Pression : 1 à 2 mbar	Température : +/- 10°C Pression : Pression : +/- 6 mbar
4		Changement des filtres toutes les 4 heures maximum	Changement des filtres toutes les 4 heures	Pas de tolérance
5	8. Centrifugation	Au toucher, les granulés doivent être secs	Au toucher, les granulés doivent être secs	Pas de tolérance
6	12. SSP	Lim. Basse temp. 190°C Lim. Haute temp : 220°C : Pression = 8 mbar Temps de séjour : min 6h IV : entre 0.76 et 0.82 +/- 0.02 Composés organiques : limites AFSSA	Température : 196°C pression 1 à 2 mbar Temps de séjour : min 6h IV : entre 0.76 et 0.82 +/- 0.02	Température : +/- 3°C Pression : +/- 3 mbar Temps de séjour :pas de tolérance Pour les IV et composés chimiques : pas de tolérance.

**Tableau 13: Points critiques et Tolérances**

Le suivi des composés organiques dans les granulés est essentiel pour vérifier que le PET recyclé peut être au contact avec les aliments. Malheureusement les systèmes d'analyse en continu ne peuvent pas être mis en œuvre et il est invraisemblable de tester tous les big bag produits dans une journée. Un contrôle hebdomadaire est fait sur un lot choisi au hasard. Par conséquent, pour palier à ce problème, le suivi de l'IV comme traceur du bon déroulement du procédé est réalisé. De plus, toute dérive des paramètres clés du procédé aura pour conséquence l'analyse des composés chimiques des granulés du batch en question.

### 5.3.1 Autres points de contrôle importants

#### ***Matière première***

La matière première du procédé thermique correspond aux paillettes de PET lavées. Le contrôle du niveau de contaminants dans les paillettes doit être effectué pour limiter les défaillances du procédé et la dégradation du PET lorsqu'il est fondu. Ce contrôle est

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

actuellement inclus dans le système qualité de La Neuve Lyre. Des contrôles sont effectués sur chaque camion de PET.

### ***Déchargement et manipulation de la matière***

Un soin particulier doit être apporté lorsque les paillettes sont déchargées et lorsque les big bag sont transportés pour éviter toute introduction de matière étrangère dans le flux de PET. Cela implique la formation des opérateurs pour l'application des bonnes pratiques de fabrication.

### ***Eau de Process***

Au niveau de l'étape de granulation, de l'eau potable et déminéralisée est injectée dans le procédé. L'eau provient du réseau d'eau potable de La Neuve Lyre. La qualité de l'eau n'est pas suivie par l'usine. Dans la mesure où l'eau est potable et le contact avec le PET est très bref, les risques de contamination sont très faibles. Néanmoins un conductimètre pourrait être installé pour repérer des variations de qualité. Le conductimètre permettrait aussi de vérifier l'efficacité de la résine échangeuse d'ions utilisée pour déminéraliser l'eau.

### ***Composés inorganiques***

D'après l'étude bibliographique et les résultats des caractérisations du PET, la présence de métaux dans le PET recyclé autres que ceux faisant partie des additifs de réaction est rare. La recherche de métaux peut se faire dans le cadre de qualifications ponctuelles du produit. Aussi, un plan d'examen complet de la qualité du produit pourrait être réalisé tous les trimestres au cours duquel des tests de migration et des recherches de métaux pourraient être effectuées sur plusieurs échantillons collectés au cours d'un mois de production.

## **5.4 Conclusion**

Les challenge tests ont démontré que l'unité a un pouvoir décontaminant conforme aux exigences de l'AFSSA. Cependant, pour que ce pouvoir soit maintenu, le process doit être contrôlé. Le système HACCP permet d'anticiper les potentielles dérives de qualité en cours de production. Ce système sera mis en place sur le site de La Neuve Lyre une fois que l'unité aura dépassé la période d'ajustements. Cette analyse sera prise en compte pour inclure des mesures de surveillance supplémentaires dans le contrôle qualité en cours de définition et dans le dossier AFSSA. De plus, il a été démontré que les recommandations de l'AFSSA peuvent bien être prises en compte dans ce système.

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

Les points les plus vulnérables du procédé semblent être le maintien du vide dans l'unité SSP et la propreté des conduites. Cela ajouté à l'analyse des risques réalisée placent la surveillance de l'unité SSP au premier plan. Deuxièmement, la qualité de la matière entrante influence le produit en sortie. FPR peut maîtriser en partie les variations de qualité grâce à l'étape de préparation matière. Mais cette maîtrise a des limites. Les équipements ne sont pas dimensionnés pour traiter les pics de pollution. Les risques générés lors du recyclage du PET sont en partie maîtrisables par le recycleur. En effet, comme FPR ne réalise pas les étapes de collecte, tri et régénération, elle ne peut pas garantir que le PET ne soit pas contaminé au cours de ces étapes. FPR peut maîtriser le procédé de recyclage thermique. Grâce à l'enregistrement des paramètres de process, il est possible d'identifier toute dérive et ainsi éloigner les lots potentiellement non conformes.

Quant aux limites de la mise en place du système HACCP sur le site de La Neuve Lyre, le principal obstacle semble être le facteur humain. Les opérateurs non seulement nécessitent une formation solide sur la technologie Starlinger, mais aussi sur l'analyse critique des paramètres suivis en cours de production. De leur analyse dépendra la réactivité face à une dérive. Il est par conséquent essentiel que l'on sache qualifier les analyses obtenues et ainsi déterminer s'il s'agit d'une erreur de mesure ou d'une dérive du procédé pour ensuite agir en mesure. Pour cela, une grande attention devra être apportée à la qualification du personnel.

Pour conclure, l'unité Starlinger peut produire du PET recyclé destiné au contact alimentaire à condition que les points critiques du process soient maîtrisés et que les fournisseurs respectent les cahiers des charges imposés.

## **6 Analyse des risques, demandes d'autorisation et contraintes industrielles**

### **6.1 Autorisation AFSSA**

Pour établir ses lignes directrices, l'AFSSA a mené une réflexion sur un seuil de préoccupation toxicologique (notion de concentration maximale tolérable dans les aliments), la capacité des substances à migrer vers la denrée alimentaire et sur les réflexions menées par la FDA à ce sujet. Un modèle de prédiction a été développé pour évaluer la concentration maximale en polluants acceptable dans le PET. Ce modèle est applicable au contact aqueux. Le seuil choisi est de 1,5 µg/kg d'aliment. Ainsi, si une molécule autorisée s'avère cancérigène, l'excès de risque associé à une exposition quotidienne de 1,5 µg/personne/jour pendant toute une vie serait inférieur à 1 sur 1 million, ce qui représente un niveau de risque très faible<sup>4</sup>.

A travers la demande d'autorisation, l'AFSSA demande à l'industriel de démontrer l'aptitude du procédé à décontaminer le PET. De plus, il faut présenter les moyens mis en œuvre pour ne pas dépasser le seuil de 1.5 µg/kg d'aliment. Ce dernier point représente la principale exigence des lignes directrices.

La demande d'autorisation doit comporter quatre principales parties détaillant :

- L'objet de la demande où les conditions d'emploi du PET recyclé sont présentées ;
- La présentation des étapes de collecte, tri et régénération ;
- L'évaluation de l'aptitude du procédé à décontaminer le PET ;
- La présentation du système d'assurance qualité.

L'évaluation de l'aptitude du procédé à décontaminer le PET se fait grâce à des challenge tests. Ces tests sont réalisés dans des conditions normales de fonctionnement du procédé et selon les conditions définies par l'AFSSA (voir annexe 1). Les tests de migration sur d'autres simulants ne sont pas obligatoires si les granulés de PET recyclé sont destinés à être utilisés dans les cas où le modèle de migration sur acide acétique à 3% peut être appliqué. Dans le cas contraire, des tests de migrations devront être réalisés à l'éthanol 10% avec les substances modèles du challenge test.

---

<sup>4</sup> Extrait de l'avis de l'AFSSA su 27 novembre 2006.

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

Au seuil de migration se rajoutent des objectifs de traitement de décontamination et des exigences de qualité de la matière première. Le procédé de décontamination doit avoir un rendement de 99% pour les composés plus volatils. De plus, les paillettes lavées et broyées ne doivent pas comporter plus de 0.05% de contaminants.

Les lignes directrices présentent aussi un guide pour le suivi de la production de PET qui doit être inclus dans le système d'assurance qualité de l'unité. L'industriel doit mettre en œuvre des contrôles physico-chimiques de la matière (IV, Température de transition vitreuse et de fusion...) ainsi que des contrôles des contaminants du PET : substances organiques extractibles et volatils.

Dernier point, les lignes directrices ne s'appliquent qu'au recyclage de PET.

## **6.2 Autorisation Européenne**

Les lignes directrices de l'EFSA ont été publiées en juillet 2008 tel que prévu dans le Règlement n°282/2008. Elles s'appliquent à toutes les matières plastiques pouvant être recyclées en utilisation alimentaire. L'élaboration des lignes directrices est basée sur les exigences en la matière des pays membres et les différentes études menées jusqu'à présent. Après consultation publique, les lignes ont été validées en juillet 2008.

Le dossier de demande d'autorisation doit comporter trois parties :

- un résumé ;
- un dossier administratif ;
- un dossier technique avec des informations détaillées sur le procédé.

Le dossier technique doit comporter un descriptif de toutes les étapes pour que l'EFSA puisse évaluer les risques potentiels pour la santé humaine. Ainsi, le recycleur doit présenter les produits de lavage utilisés, les possibles dégradations de la matière première, le contrôle des paramètres clés du procédé, etc.

De plus, une caractérisation de la matière première<sup>5</sup> doit être faite selon l'origine, la présence de contaminants possibles et les mesures mises en œuvre pour prévenir cette contamination. Le recycleur doit démontrer comment il s'assure que la matière première ne contient pas de produits chimiques pouvant survivre au procédé de recyclage.

Ensuite, il faut démontrer la capacité de décontamination du procédé via des challenge tests. Contrairement à l'AFSSA, l'EFSA laisse le recycleur libre de choisir les modèles de contaminants à utiliser. De plus, il est stipulé que les challenge tests peuvent être réalisés

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

par les fabricants de l'appareil, étant donné que le pouvoir décontaminant peut-être très lié à la performance de l'équipement. Par contre, une étude de migration expérimentale ou théorique doit être faite.

Le recycleur doit aussi préciser dans le dossier, les utilisations possibles du plastique recyclé avec des données sur les températures et durée de contact avec les denrées alimentaires pour les comparer aux tests de migration. Enfin, le recycleur devra mener sa propre analyse de risque du procédé avec une identification des points critiques et des possibles conséquences d'une défaillance dans le système.

Les lignes directrices de l'EFSA sont présentées en annexe 2.

### **6.3 Discussion**

Un récapitulatif des principales différences et similitudes des exigences de l'AFSSA et de l'EFSA est présenté en annexe 5.

Les exigences de l'AFSSA et l'EFSA se rejoignent sur quelques points :

- La démonstration du pouvoir décontaminant du procédé
- La nécessité de mettre en œuvre des moyens de détection des contaminations
- Le contrôle de la matière première
- La mise en œuvre d'un système d'assurance qualité

Un autre point commun aux deux organismes concerne les modalités de contrôle ultérieures aux autorisations des procédés. L'EFSA stipule uniquement que les contrôles seront réalisés par les autorités compétentes des états membres tandis que l'AFSSA n'évoque pas le sujet. Par conséquent, aucune des deux organisations ne définit de manière précise quelles seront les modalités de contrôle une fois l'autorisation délivrée. La présentation du système d'assurance qualité engage l'industriel à faire ce qu'il a déclaré dans sa demande d'autorisation, mais sachant que le contrôle du procédé est un point crucial dans la sécurité sanitaire du produit, ce point aurait pu être développé dans les lignes directrices. A ce sujet, l'Union Européenne aura un poids réglementaire plus important grâce au Règlement 282/2008/CE (modifiant le Règlement 2023/2006/CE) relatif aux bonnes pratiques de fabrication.

Cependant, quelques différences peuvent être soulignées.

---

<sup>5</sup> La matière première correspond au PET lavé et broyé issu de la collecte sélective

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

Premièrement, le dossier EFSA semble laisser plus de liberté au recycleur quant au choix de démontrer le pouvoir décontaminant de son procédé et le suivi de production de PET choisi. De plus, aucun objectif chiffré n'est imposé. Toutefois, l'EFSA exige une étude de la migration potentielle et demande de façon explicite une analyse de risque comportant l'identification des points critiques et des défaillances de l'unité.

Autrement, le dossier EFSA a un poids réglementaire potentiel que la demande d'autorisation AFSSA ne possède pas. Cependant, étant donné qu'il s'agit d'une décision récente de la Commission Européenne, le poids de l'autorisation européenne ne se fait pas encore sentir. Aujourd'hui priment les exigences établies par chaque pays. Cela est reflété par les demandes des acheteurs de résine recyclée qui demandent en premier lieu une homologation nationale.

Quant à la mise en œuvre opérationnelle des recommandations, seulement l'AFSSA donne des détails sur le suivi de production du PET recyclé à réaliser par l'industriel. L'accent est mis sur la surveillance des composés organiques. L'industriel doit mettre en œuvre un suivi analytique assez lourd. Même si une fréquence d'analyse n'est pas imposée, un minimum d'analyses devra être réalisé. Cependant, l'assurance de la sécurité sanitaire ne peut pas se baser que sur les analyses de composés organiques. Les analyses doivent s'intégrer dans un ensemble de processus de sécurisation du produit qui comprend des contrôles de routine et des contrôles exceptionnels : le suivi des paramètres process, des analyses physico-chimiques, les challenge tests, éventuellement des tests de migration, la caractérisation de la matière première et les analyses des composés chimiques. Toutes ces données doivent ensuite être analysées de façon intégrée puisque chacune d'entre elles donnera une information pouvant garantir ou non la sécurité sanitaire. Les paramètres ne peuvent pas être pris de façon isolée. L'industriel doit avoir une approche globale dans l'analyse de son procédé. La principale difficulté est là, puisque le personnel chargé du suivi qualité de l'usine doit se familiariser avec cette approche.

En outre, même si l'autorisation de l'EFSA n'est pas encore au premier plan pour les acheteurs de granulés recyclés, FPR doit se projeter sur la réalisation de ce dossier. Des éléments supplémentaires devront être explorés comme l'approfondissement des études de migration. Mais comme la réflexion de l'EFSA a été menée en partie sur les travaux de l'AFSSA, une grande partie du dossier AFSSA pourra être reprise pour le dossier EFSA. De plus, d'ici à l'élaboration du dossier EFSA, FPR aura plus de données sur les défaillances et le fonctionnement du procédé de La Neuve Lyre et pourra donc enrichir l'analyse HACCP.

***Autres considérations***

Le choix d'un seuil d'acceptabilité se base sur le fait que l'excès de risque lié à une exposition à une substance cancérigène pendant toute une vie sera inférieur à 1 sur 1 million. Or, les molécules n'ont pas les mêmes effets. La question alors soulevée est si le risque associé à une dose maximale de 1,5 µg/personne/jour correspond à un même niveau d'excès de risque pour toutes les substances chimiques. De plus, aujourd'hui les effets des expositions aux basses concentrations ne sont pas encore bien décelés. Le risque acceptable étant établi en fonction des connaissances que l'on a aujourd'hui, la notion d'acceptabilité peut être amenée à évoluer.

Néanmoins, il est important que les autorités établissent des seuils pour avoir une base de travail. De plus, les autorités garantes de la sécurité sanitaire en Europe, ont besoin d'un système unique et formalisé qui facilite la communication entre états membres. Il faudra du temps pour le perfectionner mais avec les connaissances scientifiques d'aujourd'hui, on peut considérer que la santé du consommateur est sauvegardée grâce aux exigences des autorités sanitaires.

En outre, il faut noter que les industriels doivent non seulement respecter les exigences des autorités mais aussi celles des clients. A cause du poids médiatique que les crises sanitaires peuvent avoir aujourd'hui, les embouteilleurs veulent avoir un maximum de garanties sur la matière première qu'ils achètent. Par conséquent, l'industriel doit mettre un œuvre un système de surveillance qui va au-delà des exigences réglementaires.

Grâce son poids réglementaire, l'autorisation européenne prendra de l'ampleur dans les années à venir. Il faut encore passer une étape de transition pendant laquelle chaque industriel et chaque état membre aura interprété les lignes directrices. Pour l'instant, les acheteurs de granulés recyclés continueront à demander des homologations nationales. Par conséquent, le rôle des autorités des états membres ne peut pas encore être effacé. Ils doivent servir de guide dans la mise en place du nouveau système européen et partager leurs retours d'expérience.

## **Conclusion**

La notion de producteur responsable est très importante dans le domaine de la sécurité sanitaire des emballages alimentaires. Le producteur doit garantir que, dans le cas d'une utilisation normale, l'emballage ne cèdera pas à la denrée alimentaire de substances dangereuses pour la santé du consommateur. Dans ce cadre, les autorisations de mise sur le marché des produits destinés au contact alimentaire apportent une garantie de l'engagement de l'industriel sur la fabrication d'un produit inerte.

Pour évaluer le procédé de recyclage de granulés de PET de la société FPR, une étude des dangers chimiques générés lors du recyclage a été réalisée depuis la collecte jusqu'à la fabrication de granulés recyclés. A cela s'est ajouté un challenge test pour évaluer le pouvoir décontaminant de l'unité. Une analyse plus approfondie des risques chimiques selon une démarche HACCP a été opérée sur l'étape de recyclage thermique par extrusion-polycondensation mise en œuvre sur le site de La Neuve Lyre..

Comme l'a montré le challenge test réalisé sur l'unité de La Neuve Lyre, le procédé de recyclage de FPR a un pouvoir décontaminant qui répond aux exigences de l'AFSSA. Il a été démontré que le procédé est capable de produire des granulés recyclés conformes à condition que les points critiques du process soient maîtrisés et que les fournisseurs de paillettes respectent les cahiers des charges. De plus, un accent doit être mis sur la formation du personnel pour qu'il puisse interpréter les résultats et agir en conséquence en cas de dérive. Ainsi, la sécurité sanitaire du PET recyclé de FPR est assurée grâce au suivi préventif d'un ensemble de paramètres opératoires et de contrôles qualité. L'innocuité du produit ne doit pas être garantie par un seul paramètre pris de façon isolée. C'est l'analyse de l'ensemble du système qui permet de déclarer la conformité du PET recyclé.

Cependant, tous les risques ne peuvent pas être maîtrisés, notamment ceux générés lors d'une utilisation détournée du PET par le consommateur. Même si les challenge tests ont démontré que le procédé a la capacité d'éliminer d'importants taux de polluants, une démarche préventive peut être réalisée en amont pour éviter les contaminations. Une façon de limiter les possibilités de contamination serait de sensibiliser le particulier à la réutilisation des bouteilles et au recyclage. A cela pourrait s'ajouter un tri à la source du PET pour pouvoir récupérer un maximum de matière mise sur le marché, sur un flux

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

unique de meilleure qualité. Cela est réalisé en Suisse où le taux de valorisation des bouteilles en PET est de 78% alors qu'en France ce chiffre atteint environ 46%<sup>6</sup>.

En outre, l'harmonisation européenne des autorisations des procédés de recyclage est une bonne initiative. Les industriels pourront accéder à plusieurs marchés avec un seul dossier. Toutefois, il faudra dépasser la période de transition car aujourd'hui, les acheteurs de granulés recyclés se tournent en premier lieu vers les autorisations nationales qu'ils connaissent bien. Reste à définir comment les états membres vont organiser le contrôle une fois l'autorisation délivrée. Il s'agit d'un point important puisqu'à travers le dossier d'autorisation, l'industriel s'engage à respecter certains paramètres de fonctionnement. Les autorités sanitaires doivent alors exercer un contrôle plus ou moins régulier pour vérifier que les engagements sont remplis.

Quant aux dossiers de demande d'autorisation, l'exercice d'élaboration du dossier AFSSA servira de base pour la préparation du dossier européen de FPR. Néanmoins, d'autres aspects devront être approfondis comme les études de migration et l'analyse des défaillances avant de déposer le dossier à la Commission Européenne. De plus, il sera intéressant de connaître l'avis de l'AFSSA sur ce premier dossier car il existe de nombreux points communs entre les lignes directrices de l'EFSA et celles de l'AFSSA.

Par ailleurs, en tant que producteur responsable, l'industriel ne peut pas se contenter de répondre uniquement aux exigences réglementaires. Il doit anticiper et se préparer aux possibles évolutions de la réglementation en suivant les avancées scientifiques et les tendances dans le domaine qui pourraient provoquer des évolutions. Par exemple, l'application du système HACCP à la fabrication de matériaux d'emballage alimentaire n'est pas une exigence réglementaire. Or, vu l'importance de l'emballage dans la conservation de l'aliment, de plus en plus d'industriels appliquent cette démarche.

Enfin, la réflexion menée dans ce mémoire permet de mettre en perspective l'analyse qui devra être faite pour le dossier d'autorisation du procédé de recyclage de la future usine de FPR à Limay. Cette usine aura une capacité de 40 000 t/an et comprendra une ligne de lavage et de broyage et deux lignes d'extrusio-ploycondensation. Par conséquent, FPR devra maîtriser directement les risques chimiques sur cette première étape et faire face à une production quatre fois plus importante qu'à La Neuve Lyre. La situation sera plus complexe mais les bases de l'étude sont déjà posées.

---

<sup>6</sup> Source : PET Recycling Schweiz et Ecoemballages

---

## Bibliographie

---

- A. Feigenbaum (ch. 5) et MULTON J.-L., BUREAU G., coord. De 60 auteurs, 1998  
« Evaluation de la Migration des matériaux plastiques au contact des aliments par des méthodes alternatives, L'emballage des denrées alimentaires de grande consommation, chapitre 5 : Les fonctions de l'emballage », Ed. Tec & Doc
- AFFSA, Novembre 2006  
« Evaluation sanitaire des matériaux en poly(éthylène téréphtalate) recyclés utilisés en tant que matériaux destinés au contact des denrées alimentaires et de l'eau de boisson ».  
Disponible sur [www.afssa.fr](http://www.afssa.fr)
- A-M Sjöberg, J Sillanpää, T Sipiläinen-Malm, A Weber and L Raaska, 2002  
« An implementation of the HACCP system in the production of food-packaging material »  
*Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology*, 28, 213-218
- C.Nerin, J. Albiñana, M.R.Philo, L.Castle, B.Raffael, C.Simoneau, 2003  
"Evaluation of some screening methods for the analysis of contaminants in recycled polyethylene terephthalate flakes"  
*Food Addit Contam.* July, Vol 20, No 7 668-677
- D.E. Pierce, D.B. King and George D. Sadler, 1995  
"Analysis of Contaminants in recycled poly(ethylene terephthalate) by thermal extraction gas chromatography-mass spectroscopy"  
*American Chemical Society*, Chapter 37
- D.E. Pierce, R.L. Pfeffer, 1997  
« Rutherford backscattering analysis of contaminants in PET »  
*Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 124, 575-578
- E.H.G. Bovee, N.de Kruijf, J.Jetten, A.W.Barendsz, 1997  
« HACCP approach to ensure safety and quality of food packaging »  
*Food Addit Contam.* Vol 14, No 6-7, 721-735
- Feron VJ, Jetten J, de Kruijf N, van den Berg F, 1994  
« Polyethylene Terephthalate bottles (PRBs), a health and safety assessment »  
*Food Addit Contam.* Sep-Oct;11(5):571-94
- Firas Awaja, Dumitru Pavel, 2005  
« Recycling of PET »  
*European Polymer Journal* 41, 1453-1477
- Forrest. L. Bayer, 2002  
« Polyethylene Terephthalate recycling for food contact applications: testing safety and technology: a global perspective »  
*Food additives and contaminants*, vol 19; Supplément 111-114
- Franck Villain, Jean Coudane, Michel Vert, 1994  
« Thermal degradation of poly(éthylène téréphtalate) and the estimation of volatile degradation products »  
*Polymer Degradation and Stability* 43, 431-44
- Frank Welle , 2008  
« Decontamination efficiency of new post consumer PET recycling concept »  
*Food additives and contaminants*, janvier; 25 (1): 123-131

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

Giorgio Gianotta, Ricardo Po', Nicoletta Cardi, Elena Tampelini, Ernesto Ochiello, Fabio Garbassi, 1994

« Processing effects on Poly(ethylene terephthalate) from bottle scraps »  
*Polymer engineering and science*, mid-august, vol.34 No15.

H.Widen, A.Leufven, T.Nielsen, 2005

« Identification of chemicals, possibly originating from misuse of refillable PET bottles, responsible for consumer complaints about off-odours in water and soft drinks »  
*Food additives and contaminants*, july 22(7):681-692

Helen Widén, Gunnar Hall, 2007

« Sensory characterization of polyester based bottle material inertness using threshold odour number determination ».  
*LWT* 40 66-72

J. Nawrocki, A.Dabrowska, A Borcz, 2002

« Investigation of carbonyl compounds in bottled water from Poland »  
*Water Research* 36 4893-4901

K. Ropkins, A.J. Beck, 2002.

« Application of Hazard Analysis Critical Control Point (HACCP) to Organic Chemical Contaminants in food »  
*Critical reviews in food Science and Nutrition*, 42 (2): 123-149,

Karl Ropkins, Angus J. Beck, 2000

« Evaluation of worldwide approaches to the use of HACCP to control food safety »  
*Trends in Food Science and Technology*, 2000, 11: 10-21

L. M. Konkol; R. F. Cross; I. H. Harding; E. Kosior, 2003

« Contaminants and levels of occurrence in washed and shredded poly(ethylene terephthalate) from curbside collection. Part 1: Extraction conditions »  
*Food Additives & Contaminants*, Volume 20, Issue 9 September 2003 , pages 859 – 874

M. Mutsuga, T. Tojima, Y. Kawamura, & K. Tanamoto, 2005

« Survey of formaldehyde, acetaldehyde and oligomers in polyethylene terephthalate food-packaging materials »  
*Food Additives and Contaminants*, August 2005; 22(8): 783-789

M.Paci, F.P La Mantia, 2005

« Influence of small amounts of polyvinylchloride on the recycling of polyethyleneterephthalate »  
*Polymer Degradation and Stability* 63, (1999), 11-14

Maria Teresa De A. Freire, Andrew P. Damant, Laurence Castle, Felix G. R. Reyes, 1995

« Thermal stability of Polyethylene Terephthalate (PET): Oligomer distribution and formation of volatiles »  
*Packaging Technology and Science*, 12, 29-36 (1999)

Oi-Wah Lau a and Siu-Kay Wongb, 2000

« Contamination in food from packaging material »  
*Journal of Chromatography A*  
Volume 882, Issues 1-2, 16 June 2000, Pages 255-270

P. Monutori, E. Jover, M. Morgantini, JM. Bayona, M. Triassi, 2008

« Assessing human exposure to phthalic acid and phthalat esters from mineral water stored in polyethylene terephthalate and glass bottles »  
*Food Additives and contaminants*, april 2008, 25 (4), 511-518

R. Franz, 2002

« Programme on the recyclability of food packaging materials with respect to food safety considerations: PET, paper and board and plastics covered by functional barriers »  
*Food Additives & Contaminants*, Volume 19, March 2002 , pages 91-110

## **CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

R. Franz and F. Welle, 2002  
« Recycling of Poly(ethylene terephthalate) for direct food contact applications: challenge test of an inline recycling process »  
*Food additives and contaminants*, 2002 vol 19 N°5, 502-511

R.Assadi, X.Colin, J. Verdu, 2004  
« Irreversible structural changes during PET recycling by extrusion changes »  
*Polymer* 45 (2004) 4403-4412

R.Franz, A. Mauer, F.Welle, 2004  
« European Survey on post-consumer poly(ethylene terephthalate) (PET) materials to determine contamination levels and maximum consumer exposure from food packages made from recycled PET »  
*Food Additives & Contaminants*, Volume 21, Issue 3 March 2004 , pages 265-286

T.H. Begley, T.P. McNeal, J.E. Biles and K.E. Paquette, 2002  
« Evaluating the potential for recycling all PET bottles into food packaging »  
*Food additive and contaminants* 2002, Vol 19 Supplement, 135-143

V. Komolprasert; A.R. Lawson, T.H. Begley, 1997  
« Migration of residual contaminants from secondary recycled polyethyleneterephthalate into food-simulating solvents, aqueous ethanol and heptane ».  
*Food Additives and contaminants*, 1997, 14, No5 491-498

US Food and Drug Administration, 2006  
« Use of Recycled plastics in food packaging: Chemistry Considerations »  
Disponible sur le site: <http://www.cfsan.fda.gov/guidance.html> (visité le 10 juin 2008)

William Shotyk, Michael Krachler, Bin Chen  
« Contamination of Canadian en Europea bottled waters with antimony from PET containers »  
*Journal of Environmental Monitoring*, 2006, 8, 288-292

### **Sites Internet**

Canadian Centre for Occupational health and Safety, Cheminfo,  
<http://www.intox.org/databank/documents/chemical/terephac/cie474.htm>, Site visité le 6 août 2008.

CIRC, Liste de tous les agents évalués à ce jour (mai 2008), disponible sur le site  
<http://monographs.iarc.fr/FR/Classification/index.php>, visité le 6 août 2008

Chambre Syndicale des Emballages Plastiques, CSEMP <http://www.packplast.org/> cisté à partir du 15 mai 2008

Ecoemballages, <http://www.ecoemballages.com/>, visité à partir du 5 mai 2008

Comité Technique pour le Recyclage des Emballages Plastiques, COTREP, <http://www.cotrep.fr/>, site visité à partir du 29 mai 2008

EFSA, Autorité Européenne de Sécurité des Aliments  
[http://www.efsa.europa.eu/EFSA/efsa\\_locale-1178620753816\\_home.htm](http://www.efsa.europa.eu/EFSA/efsa_locale-1178620753816_home.htm), site visité à partir du 6 mai 2008

Food and Agriculture Organization of the United Nations  
« Systèmes de qualité et de sécurité sanitaire des aliments, Manuel de formation sur l'hygiène alimentaire et le Système d'analyse des risques – points critiques pour leur maîtrise (HACCP) », Food Quality and Standards Service Food and Nutrition Division  
Rome, 1998  
<http://www.fao.org/DOCREP/005/W8088F/w8088f00.htm#toc>, site visité régulièrement à partir du 1er juin 2008.

INRS, Fiches toxicologiques <http://www.inrs.fr/>, site visité le 16 juillet 2008

Institut de Veille Sanitaire, Faciliter l'Usage des REssources TOXicologiques (FURETOX),  
<http://www.furetox.fr/index.php?> Site visité à plusieurs reprises à partir du 15 juin 2008.

Valorplast, <http://www.valorplast.com/>, 6 mai 2008

### **Textes réglementaires et législatifs**

Directive Européenne numéro 80/777/CEE du 15 juillet 1980 relative au rapprochement des législations des États membres concernant l'exploitation et la mise dans le commerce des eaux minérales naturelles.

Directive Européenne 82/711/CEE du 18 octobre 1982 établissant les règles de base nécessaires à la vérification de la migration des constituants des matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

Directive Européenne 98/83/CE du 3 novembre 1998 relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine.

Règlement (CE) n°2023/2006 de la commission du 22 décembre 2006 relatif aux bonnes pratiques de fabrication des matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires.

Règlement (CE) n° 282/2008 de la Commission du 27 mars 2008 relatif aux matériaux et aux objets en matière plastique recyclée destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires et modifiant le règlement (CE) n° 2023/2006

Règlement (ce) no 1935/2004 du parlement européen et du conseil du 27 octobre 2004 concernant les matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires et abrogeant les directives 80/590/CEE et 89/109/CEE

Arrêté du 8 septembre 1999 pris pour l'application de l'article 11 du décret no 73-138 du 12 février 1973 modifié portant application de la loi du 1er août 1905 sur les fraudes et falsifications en ce qui concerne les procédés et les produits utilisés pour le nettoyage des matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées, produits et boissons pour l'alimentation de l'homme et des animaux

Directive 2004/12/CE du Parlement Européen et du Conseil du 11 février 2004 modifiant la directive 94/62/CE relative aux emballages et aux déchets d'emballages.

Directive Européenne n°2007/19/EC of 2 April 2007 amending Directive 2002/72/EC relating to plastic materials and articles intended to come into contact with food and Council Directive 85/572/EEC laying down the list of simulants to be used for testing migration of constituents of plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuffs.

---

## Liste des annexes

---

**Annexe 1 :** Avis de l'Agence française de sécurité sanitaire des aliments relatif à l'évaluation des risques sanitaires liés à l'emploi de matériaux en poly(éthylène téréphtalate) recyclé destinés ou mis au contact des denrées alimentaires et des eaux de boisson

**Annexe 2 :** Guidelines on submission of a dossier for safety evaluation by EFSA of a recycling process to produce recycled plastics intended to be used for manufacture of materials and articles in contact with foods. *The EFSA Journal 2008.*

**Annexe 3 :** Lettre de non-objection FDA du procédé Starlinger

**Annexe 4 :** Tableau de Détermination des points critiques

**Annexe 5 :** Récapitulatif des principales différences et similitudes des exigences de l'AFSSA et de l'EFSA

**Annexe 1 :** Avis de l'Agence française de sécurité sanitaire des aliments relatif à l'évaluation des risques sanitaires liés à l'emploi de matériaux en poly(éthylène téréphtalate) recyclé destinés ou mis au contact des denrées alimentaires et des eaux de boisson.



Afssa – Saisine n° 2001-SA-0315

Maisons-Alfort, le 27 novembre 2006

## AVIS

### de l'Agence française de sécurité sanitaire des aliments relatif à l'évaluation des risques sanitaires liés à l'emploi de matériaux en poly(éthylène téréphtalate) recyclé destinés ou mis au contact des denrées alimentaires et des eaux de boisson

LA DIRECTRICE GÉNÉRALE

L'Agence française de sécurité sanitaire des aliments (Afssa) s'est auto-saisie le 8 novembre 2000 de la question relative aux risques sanitaires liés à l'emploi de matériaux en poly(éthylène téréphtalate) (PET) destinés ou mis au contact des denrées alimentaires et des eaux de boisson.

#### CONTEXTE

En 1993, le Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France (CSHPP) avait été sollicité sur des dossiers de demande d'autorisation d'emploi de matériaux contenant du PET recyclé. En réponse, un avis favorable et un avis d'ordre général sur le recyclage avaient été rendus la même année. Par la suite, deux dossiers ont été déposés en 1996 au CSHPP. Leur évaluation s'est poursuivie au sein de l'Afssa et a conduit à un avis favorable en 2000, année à laquelle nombre de dossiers similaires ont été déposés à l'Afssa.

Au vu de cette première expérience et du nombre croissant de demandes, il est apparu nécessaire d'établir une approche globale permettant une évaluation systématique et homogène des risques potentiels liés au recyclage du PET pour un contact avec des aliments ou des eaux de boissons, domaines pour lesquels les réglementations sont distinctes.

#### MÉTHODOLOGIE ET QUESTIONS INTRUITES

Dans ce contexte, un groupe de travail « Evaluation sanitaire des matériaux en PET recyclés utilisés en tant que matériau au contact des denrées alimentaires et de l'eau de boisson » a été créé au sein de l'Afssa. La mission de ce groupe était d'identifier les points critiques du recyclage du PET, de proposer une méthodologie pour l'évaluation des risques sanitaires liés à l'utilisation de PET recyclé et d'établir des lignes directrices pour la constitution des dossiers présentés par les industriels.

Le groupe de travail a auditionné des professionnels, des spécialistes du recyclage, des utilisateurs potentiels de PET recyclé et des scientifiques spécialistes des matériaux ou de l'évaluation des risques sanitaire. Il s'est appuyé sur les travaux antérieurs, notamment ceux réalisés dans le cadre d'un programme de recherche européen (dont les conclusions ont été publiées par l'ILSI en 1997). Depuis, des travaux permettant une évaluation plus fine des risques (programme européen FAIR "recyclability" 1998 - 2002) et une méthode de prédiction de la migration à partir de PET recyclé (programme ADEME - Eco-Emballages 1997 - 2001) sont devenus disponibles. Le groupe de travail a pris en compte ces nouvelles données, et les a adaptées dans sa démarche d'évaluation.

Le groupe de travail a également examiné le risque potentiel lié à des contaminants chimiques présents à des doses très faibles. Cette démarche a permis de fixer un seuil de préoccupation, seuil indispensable à l'élaboration des lignes directrices.

27-31, avenue  
du Général Leclerc  
BP 19, 94701  
Maisons-Alfort cedex  
Tel 01 49 77 13 50  
Fax 01 49 77 26 13  
www.afssa.fr  
REPUBLIQUE  
FRANÇAISE

DERNS/Enr.22/nd.H

1 / 10

**Avis**

Après consultation du groupe de travail « Evaluation sanitaire des matériaux en Poly(éthylène téréphtalate) recyclés utilisés en tant que matériaux au contact des denrées alimentaires et de l'eau de boisson » et des Comités d'experts spécialisés « Eaux » et « Matériaux au contact des denrées alimentaires », l'Afssa rend l'avis suivant complété par le rapport en annexe :

Considérant les exigences de la directive européenne 94/62/CE sur la gestion des déchets d'emballage et les objectifs sur le taux de recyclage des matériaux plastiques ;

Considérant le règlement européen 1935/2004 relatif aux matériaux au contact des denrées alimentaires, qui en vertu du principe d'inertie, impose que les matériaux ne doivent pas céder des constituants en quantités susceptibles de présenter un danger pour la santé ;

Considérant que les matériaux et emballages finis obtenus à partir de matériaux recyclés doivent présenter toutes les garanties d'innocuité et de sécurité des consommateurs, ainsi que l'a recommandé le CSHPF en 1993 <sup>1</sup> ;

**S'agissant des procédés de recyclage**

Considérant que la collecte et le tri sélectifs permettent de sélectionner, à l'entrée des procédés de recyclage, des matériaux initialement conçus pour le contact alimentaire ;

Considérant que plusieurs étapes des procédés de recyclage conduisent à une décontamination du PET, avec des rendements allant jusqu'à 99 % pour les substances de plus faible masse molaire ;

Considérant que les substances les plus aisément éliminées lors de ces étapes du recyclage sont aussi celles susceptibles de migrer le plus rapidement (substances volatiles, de bas poids moléculaire) ;

**S'agissant de l'évaluation des risques sanitaires potentiels liés à l'emploi du PET recyclé**

Considérant que le risque sanitaire éventuel lié à l'emploi du PET recyclé au contact alimentaire est lié à la présence de contaminants chimiques pouvant provenir d'une réutilisation impropre des emballages par les consommateurs ou du contact avec des déchets ;

Considérant que la FDA estime que si une molécule autorisée s'avérait cancérigène, l'excès de risque associé à une exposition quotidienne pendant toute la vie de 1,5 µg/personne/jour serait inférieur à 1 sur 1 million <sup>2</sup>, ce qui représente un niveau de risque très faible ;

Considérant les spécificités inhérentes au recyclage du PET et considérées pour l'évaluation des risques menées par l'Afssa (nature, concentration et faible fréquence <sup>3</sup> de la contamination potentielle de PET récupéré, procédé de décontamination, réactivité des contaminants potentiels, etc.) <sup>4</sup>, une exposition exceptionnelle de 1,5 µg contaminant issu du PET recyclé/personne/jour représente un risque sanitaire tolérable, même lorsque la structure chimique du contaminant n'est pas identifiée ;

Considérant qu'une limite de migration inférieure ou égale à 1,5 µg de contaminant issu du PET recyclé / kg aliment ou d'eau est considéré comme sans risque significatif pour la santé du consommateur ;

Considérant qu'un modèle de migration, où chaque paramètre a été évalué avec une marge de sécurité, permet de prédire une migration surévaluée, et relie cette limite de migration de 1,5 µg/kg aliment à une concentration maximale tolérable de polluant dans les matériaux en PET recyclé, cette concentration maximale dépendant de la masse molaire du contaminant, de la durée et de la température de conservation des produits ;

<sup>1</sup> Avis du CSHPF du 7 septembre 1993 relatif aux matériaux recyclés à partir d'emballages usagés au contact des denrées alimentaires. Il précise que les matériaux recyclés doivent présenter les mêmes garanties que celles du matériau vierge.

<sup>2</sup> Food and Drug Administration, Department of Health and Human Services, 1995, «Food Additives ; Threshold of Regulation for Substances used in Food-Contact Articles», Federal register, Vol. 60, N° 136, 36582-36596.

<sup>3</sup> Caractère statistiquement exceptionnel d'une telle contamination, qui a pu être évaluée à une bouteille sur plusieurs milliers dans des études récentes : WELLE F. & FRANZ R. (10 et 11 février 2002), « Typical contamination levels and patterns in and analytical recognition of postconsumer PET recyclates ». Présentation à Varese Italie, EU – Project FAIR-CT-98-4318 « recyclability ».

<sup>4</sup> Cf. rapport annexé à l'Avis

Considérant que l'évaluation du risque consiste à s'assurer que les matériaux issus du procédé de recyclage ne contiennent pas de contaminant à une concentration supérieure à cette concentration maximale tolérable dans le PET recyclé ;

Considérant qu'en pratique il est impossible de vérifier l'absence de tout contaminant à une concentration inférieure à cette concentration maximale tolérable dans chaque lot de PET recyclé ;

Considérant qu'un rendement de décontamination de 99 % (mesuré sur des substances modèles dont la liste est proposée) permet de garantir que la concentration maximale tolérable en contaminant dans le PET recyclé ne sera pas dépassée et donc que la migration de ces contaminants sera inférieure ou égale à 1,5 µg/kg d'aliments ou d'eau de boisson ;

Considérant que les études <sup>5</sup> réalisées sur des milliers de bouteilles en PET collecté dans différents pays ont montré que le taux de contamination est au maximum de 20 mg/kg de PET récupéré <sup>6</sup>, et que les principaux polluants identifiés sont des arômes alimentaires ;

Considérant que les procédés de recyclage avec un taux de décontamination de 99 % ramènent cette valeur de 20 mg / kg en deçà des concentrations maximales tolérables,

Compte tenu de ces éléments d'analyse, l'Afssa considère que l'emploi de matériaux en poly(éthylène téréphtalate) (PET) destinés ou mis au contact des denrées alimentaires et des eaux de boisson ne représente pas de risque sanitaire pour le consommateur dès lors que le procédé de recyclage :

- est évalué depuis la collecte de PET usagé jusqu'à la production de PET recyclé. Pour ce faire, l'Afssa propose des lignes directrices (cf. Annexe I) pour la constitution des dossiers de demandes d'autorisation d'emploi.
- apporte la garantie de son aptitude à éliminer les contaminants potentiels notamment en satisfaisant aux critères de décontamination (cf. Annexe I).
- est conforme aux recommandations sur le suivi de production (cf. Annexe II).

Pascale BRIAND

<sup>5</sup> BAYER F. (2002), « Polyethylene terephthalate recycling for food-contact applications : testing, safety and technologies : global perspective », *Food additives and contaminants*, Vol. 19, supplement 111-134.

FRANZ R., MAUER A. AND WELLE F. (2004). « European survey of post-consumer poly(ethylene terephthalate) materials to determine contamination levels and maximum consumer exposure from food packages made from recycled PET », *Food Additives and Contaminants*, Vol. 21, 265-286.

<sup>6</sup> PET récupéré : PET usagé collecté, trié et lavé.

PET recyclé : PET récupéré ayant subi le procédé de recyclage ou décontamination.

## Annexe I

### Lignes directrices pour la constitution des dossiers de demandes d'autorisation d'emploi de Poly(éthylène téréphtalate) (PET) recyclé destiné au contact alimentaire

#### Préambule

Ces lignes directrices concernent des matériaux fabriqués exclusivement en PET et à partir de PET recyclé. Les produits finis fabriqués avec du PET recyclé doivent respecter la réglementation en vigueur pour les matériaux au contact des aliments et/ou des eaux de boisson (règlement 1935/2004 et directive 2002/72/CE<sup>7</sup>).

Les lignes directrices s'appliquent aux cas les plus courants, correspondant à des contacts à des températures inférieures ou égales à 40 °C. Si des demandes différentes sont formulées, d'autres conditions d'utilisation pourront être envisagées.

#### I.1- Objet de la demande

L'industriel souhaitant recycler du PET pour un usage alimentaire devra indiquer avec précision l'objet de la demande, les conditions d'emploi, en particulier le pourcentage maximal de PET recyclé entrant dans la composition des objets finis. L'industriel devra, en outre, préciser s'il vise ou non des applications pour des eaux de boisson.

L'Afssa ne pourra prendre en considération que les conditions précisées par l'industriel dans ce paragraphe « objet de la demande ».

Toutes les étapes devront être détaillées, précisant notamment leur fonction technologique (tri, régénération, élimination de matériaux métalliques, décontamination, etc.).

L'industriel devra également :

- ◆ préciser les étapes sur lesquelles il exerce un contrôle direct (sur un site de production sous sa responsabilité) et celles sur lesquelles il exerce un contrôle au travers d'un cahier des charges (matières achetées). Dans le cas où il ne procède pas à la collecte ni au tri des bouteilles usagées, il devra indiquer leur origine et joindre le cahier des charges qu'il impose à ses fournisseurs,
- ◆ s'engager à mettre en place un système d'assurance qualité et de traçabilité des matières premières, de ses produits finis et du procédé de transformation du PET recyclé (en prévention de dérives du procédé). Si des étapes du procédé de recyclage font l'objet d'une certification, l'attestation de l'organisme certificateur devra être jointe au dossier de demande,
- ◆ s'engager à déclarer ultérieurement toute modification significative du procédé de décontamination susceptible d'avoir un impact sur la qualité de ses produits finis. Il fournira alors un nouveau dossier de demande contenant tous les éléments qui permettront une nouvelle évaluation des risques sanitaires.

#### I.2- Collecte, tri et régénération

Le mode de collecte des matières entrantes et les opérations successives de tri devront être détaillées par l'industriel. Il devra également se référer au cahier des charges fixant les conditions de reprise des matériaux recyclables triés. Le cahier des charges sera joint au dossier et les spécifications seront décrites.

<sup>7</sup> En pratique il faudra se référer aux références réglementaires les plus récentes. Celles-ci pourront être vérifiées auprès du bureau C2 de la Direction Générale de la Consommation, de la Concurrence et de la Répression des Fraudes - Ministère de l'économie, des finances et de l'industrie (DGCCRF).

A l'issue de la régénération (lavages, broyages, etc.), les paillettes de PET devront contenir moins de 0,05 % d'autres matières que le PET (bois, métaux, PVC, etc.). La phase de régénération doit être décrite, en mentionnant notamment comment elle contribue à l'élimination de contaminants éventuels. La composition des détergents utilisés lors des étapes de nettoyage devra être indiquée, ceux-ci devant être compatibles avec un contact alimentaire (arrêté du 8 septembre 1999 – Brochure 1227 - DGCCRF).

Pour ces trois étapes, l'industriel devra apporter la preuve qu'il maîtrise l'ensemble de ces critères et expliquer comment il arrive à son résultat.

### 1.3- Evaluation de l'aptitude du procédé de traitement à décontaminer le PET

#### 1.3.1- Rendement de décontamination

L'exigence essentielle de ces lignes directrices, l'objectif ultime des recycleurs, doit être de s'assurer et de démontrer que la migration de tout contaminant éventuel ne peut excéder 1,5 µg/kg d'aliment.

L'aptitude du procédé de recyclage à dépolluer sera évaluée à l'aide d'un test de décontamination expérimental. Le rendement de décontamination du procédé sera calculé et devra être supérieur ou égal à 99 %. Pour la benzophénone dont la masse molaire est plus élevée et le coefficient de diffusion plus faible, un rendement de décontamination de 90 % devra être atteint.

Ce test pourra être effectué avec des matériaux réalisés sur une ligne pilote (notamment dans le cas de demandes d'autorisation préalables à la construction d'un site industriel). L'industriel devra ensuite apporter la preuve que l'unité de production réelle donne les mêmes performances que l'unité pilote en termes de décontamination chimique.

Le PET vierge devra être dopé dans la masse par des substances modèles, à une concentration d'environ 500-1000 mg/kg de PET pour chaque substance après séchage du PET (la somme des concentrations des substances modèles ne devra pas excéder 5000 mg/kg). Ces concentrations sont très supérieures aux concentrations réalistes en polluants, mais sont nécessaires pour les analyses destinées à estimer le rendement de décontamination.

Ces paillettes (ou granulés) ainsi contaminées seront introduites dans le procédé de traitement et subiront l'ensemble du procédé. La concentration des substances modèles sera vérifiée par extraction du PET avant l'introduction dans le procédé et après chaque étape.

Les substances modèles à utiliser sont données dans le tableau ci-dessous<sup>8</sup>.

Tableau 1 : Liste des substances modèles utilisées dans le test expérimental de décontamination du PET.

Substances modèles	Numéro CAS	Masse molaire (g/mol)
Toluène	108-88-3	92
Phénol	108-95-2	94
Chlorobenzène	108-90-7	113
Limonène	138-86-3	136
Benzophénone	119-61-9	182

L'industriel devra décrire :

- la méthode employée pour imprégner les paillettes de PET. A titre d'exemple, une macération des paillettes dans une solution de substances modèle dans le dichlorométhane permet de polluer fortement les paillettes dans la masse<sup>9</sup>. D'autres

<sup>8</sup> Leur choix des substances du tableau 1 est guidé par :  
 - leur volatilité et leur masse molaire : des substances de plus faible masse molaire sont en général éliminées lors du séchage du PET ; des masses molaires plus élevées migrent plus lentement,  
 - leur solubilité : certaines de ces substances sont solubles dans les simulateurs aqueux, ce qui est essentiel pour l'évaluation des études de migration.

<sup>9</sup> PENNARUN P.Y., DOLE P., FEIGENBAUM. A. ( 2004). « Functional barriers in PET recycled bottles. Part I: determination of diffusion coefficients in bi-oriented PET with and without contact with liquids« . Journal of Applied Polymer Science, 92, pp. 2845-2858.

protocoles décrits dans la littérature pourront être utilisés s'ils permettent de réaliser une contamination à des teneurs similaires dans la masse. On n'emploiera pas de protocoles permettant de réaliser une imprégnation uniquement en surface des matériaux, des paillettes ou des granules car, dans ce cas, les substances modèles seraient éliminées dès le lavage ou le séchage, ce qui ne permettrait pas de mesurer le rendement de décontamination. Une imprégnation dans la masse permet, après ces étapes, de conserver dans les matériaux une concentration suffisante des composés modèles.

- Les conditions détaillées de mise en oeuvre du matériau ou le cas échéant de l'objet fini.
- Les méthodes d'extraction et de dosage devront être validées et pourront s'appuyer sur la norme AFNOR NF V03-110 ou le cas échéant la norme AFNOR NF T 90-210 (pour les analyses dans l'eau). Les protocoles utilisés seront détaillés.

### 1.3.2- Migration des substances modèles

**Les études de migration ne se substituent pas à l'évaluation de l'aptitude du procédé de recyclage à dépolluer (rendement de décontamination) comme prévu au paragraphe précédent.**

#### **Cas de contacts avec des aliments simulés par l'eau et l'acide acétique à 3 % :**

Si un PET contient 400 mg d'une substance modèle/kg PET après lavages et 4 mg/kg à l'issue du procédé de recyclage (rendement de décontamination de 99 %), le modèle montre que la migration après 10 jours à 40 °C ne dépassera pas 1,5 µg/kg d'aliment, quelle que soit la masse de contaminant (figure 2).

#### **Cas de contacts correspondant à d'autres simulants :**

Le modèle prédictif correspondant à la figure 2 n'est applicable qu'aux cas de l'eau et de l'acide acétique à 3 %. Pour les autres simulants, les objets finis (dopés en substances modèles) devront être soumis à des études de migration des substances modèles afin de déterminer la concentration maximale dans le PET (après décontamination) compatible avec une migration inférieure à 1,5 µg/kg d'aliment alcoolisé ou gras.

Ces essais seront menés à partir d'objets finis (bouteille par exemple) fabriqués à partir du PET dopé ayant subi le procédé de recyclage (le même qu'au 1.3.1). Les simulants et les conditions de migration utilisés devront correspondre au type d'aliment à conditionner et aux directives 97/48/CE et 85/572/EC relatives aux « règles de base nécessaires à la vérification de la migration » (voir note 7). Le protocole devra être décrit en détail. L'industriel devra :

- donner la concentration en contaminants modèles dans le PET soumis aux essais de migration (en principe environ la même qu'au paragraphe 1.3.1),
- décrire les essais de migration,
- donner les valeurs de migration (µg/6dm<sup>2</sup>).

A partir de ces éléments, une concentration maximale de contaminant dans le PET sera déterminée avec la règle usuelle de proportionnalité entre la migration des substances modèles et leur concentration dans le matériau.

Par exemple, si un PET contenant 4 mg de substance modèle/kg de PET (après décontamination) donne une migration de 15 µg/kg d'éthanol (exemple arbitraire), il faudra garantir une teneur maximale de 0,4 mg polluant/kg de PET après décontamination. En tenant compte d'un rendement de décontamination de 99 %, ceci équivaut à 40 mg contaminant/kg de PET à l'issue des étapes de lavage et avant décontamination.

**L'industriel devra décrire tous les moyens mis en oeuvre lui permettant de garantir que cette concentration maximale ne sera pas dépassée.**

**Remarques**

Les lignes directrices sont censées répondre aux exigences les plus communes par rapport à la majorité des boissons ou des denrées alimentaires.

Toutefois, un industriel pourra proposer un autre mode d'évaluation ou d'autres éléments scientifiques qui n'ont pas été considérés dans la démarche générale. Dans ce cas, l'industriel devra développer de manière précise dans un document spécifique les arguments justifiant son choix. Ce document devra être accompagné des publications scientifiques sur lesquelles repose la démarche choisie. Au vu des arguments scientifiques avancés, le dossier standard pourra éventuellement être exigé.

Les conditions de migration conviennent pour des matériaux mono-couches et multi-couches où le PET recyclé est dans la couche en contact.

Ce canevas d'évaluation ne vaut que pour une contamination exceptionnelle. En cas de contamination récurrente, les lots contaminés ne pourront être destinés à un contact alimentaire.

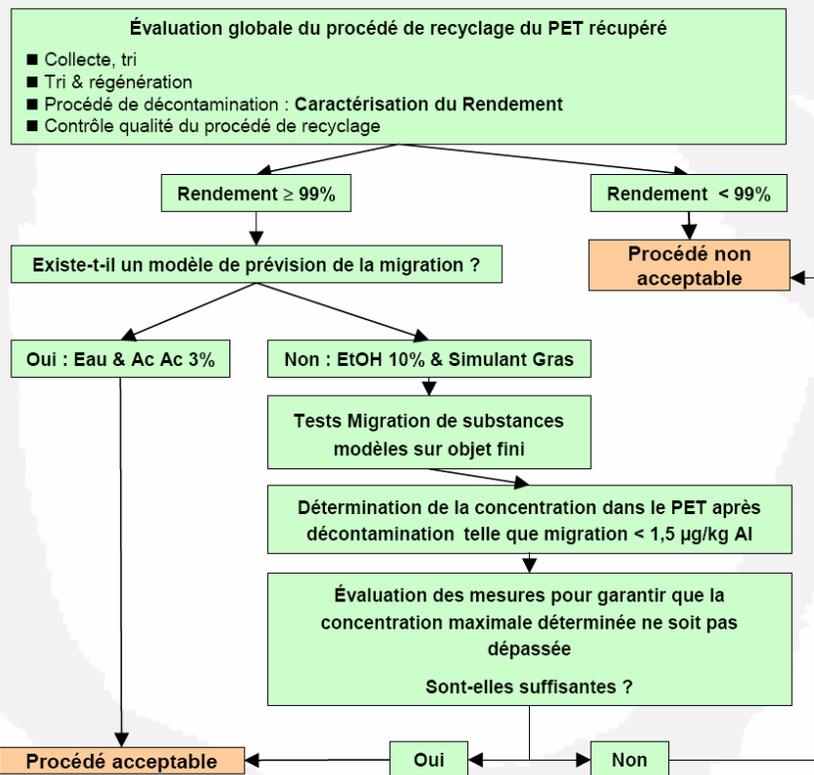


Figure 1 : Organigramme de l'évaluation globale du procédé de recyclage du PET

## Annexe II

### Recommandations sur le suivi de la production du PET recyclé

En cas d'autorisation, un contrôle de qualité de la production de PET recyclé devra être mis en place, de manière à :

- apporter la garantie que la qualité du PET recyclé est et reste équivalente à celle de PET vierge, et qu'elle répond aux critères ayant fait l'objet de l'évaluation dans le cadre de la demande d'autorisation d'emploi,
- permettre de détecter une éventuelle dérive grave du procédé de recyclage (pollution exceptionnelle, dysfonctionnement d'une étape du procédé) et **d'écarter les lots non conformes**.

#### II.1- Contrôles physico-chimiques

L'industriel devra s'engager à pratiquer une auto-surveillance. Il indiquera les caractéristiques physico-chimiques qu'il prévoit de suivre pour ce contrôle de qualité et pour mettre en évidence une éventuelle dérive du procédé : indice de viscosité à l'état fondu, températures de transition vitreuse et de fusion du PET recyclé et du PET vierge (de grade alimentaire).

Pour l'indice de viscosité, les vérifications devront être effectuées sur tous les lots.

Pour les températures de transition vitreuse du PET recyclé (comparées à du PET vierge), l'industriel effectuera les vérifications à une fréquence qui ne devra pas être supérieure à une semaine.

En cas de dérive du procédé, tous les lots produits depuis la précédente vérification ne pourront pas être destinés à un contact alimentaire.

#### II.2- Contrôle de concentration en contaminant dans le PET

L'industriel doit, dans le cadre d'une production courante, garantir que la teneur en contaminants éventuels dans la résine recyclée est telle que la migration ne pourrait dépasser 1,5 µg/kg d'aliment. Pour cela, des contrôles seront effectués sur le PET recyclé qui sera comparé à du PET vierge.

Ces analyses seront réalisées sur des granulés obtenus dans le cadre d'une production de routine (à ne pas confondre avec les matériaux modèles contenant les substances modèles).

L'industriel effectuera les vérifications à une fréquence qui ne devra pas être supérieure à une semaine. Les vérifications devront porter sur des échantillons issus de lots clairement identifiés.

Les échantillons de chaque lot devront être dosés séparément.

En cas de détection de contaminant à un taux tel que la migration serait supérieure à 1,5 µg/kg d'aliment, tous les lots produits entre deux contrôles ne pourront pas être destinés à un contact alimentaire.

##### II.2.1- Contact avec des milieux aqueux

Toute substance non présente dans le PET vierge et présente dans le PET recyclé à plus de 4 mg/kg de PET devra systématiquement faire l'objet d'une détermination de masse molaire. L'industriel devra s'assurer à l'aide de la figure ci-dessous que cette masse molaire est compatible avec une concentration dans le PET recyclé qui conduit à une migration inférieure ou égale à 1,5 µg/kg d'aliment.

Si la migration calculée est supérieure à 1,5 µg/kg d'aliment, les lots de PET contaminés ne seront pas utilisés pour le contact alimentaire.

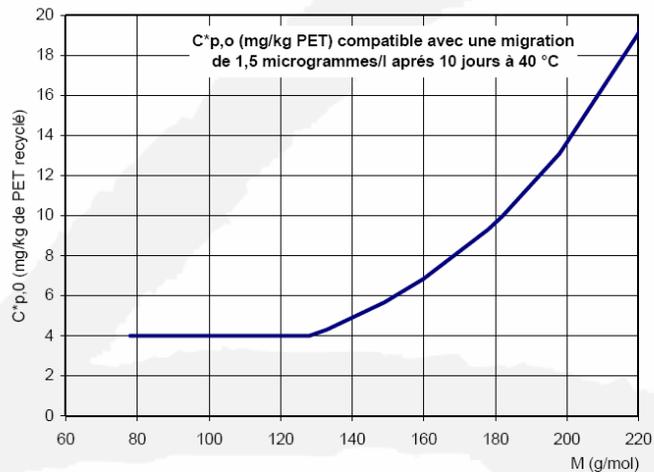


Figure 2 : Concentration en contaminant tolérable dans le PET et compatible avec une limite de migration de 1,5 µg/l après 10 jours à 40 °C (calculée pour 6 dm<sup>2</sup>/l de simulateur). Cette figure est calculée pour des aliments aqueux ; elle est applicable à des matériaux mono-couches et à des multi-couches où le recyclé constitue la couche en contact avec l'aliment. A titre indicatif, les rapports surface / volume sont de 6, 7 9 et 10 dm<sup>-1</sup> pour des bouteilles de 1,5 l, 1 l, 0,5 l et 0,33 l respectivement<sup>10</sup>.

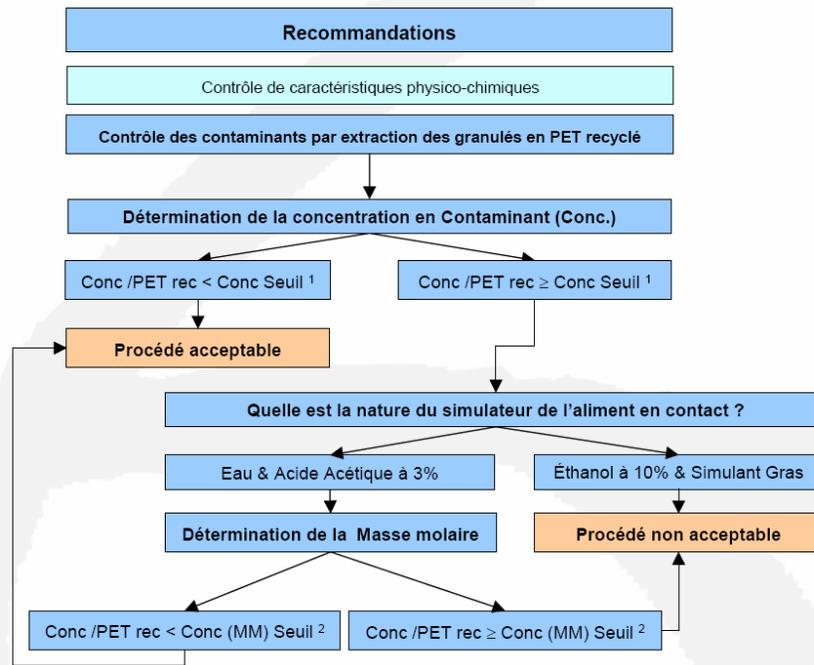
Des analyses seront réalisées sur des granulés issus du procédé de décontamination ou sur des objets finis. Les protocoles devront faire l'objet d'une validation qui pourra s'appuyer sur la norme AFNOR NF V03-110. Les contaminants pourront être recherchés dans les matériaux en PET recyclé de la manière suivante :

- **Analyse des substances extractibles** : le matériau pourra être extrait par le dichlorométhane, dans un ballon sous reflux, avec un appareil de type Soxhlet ou avec un système d'extraction avec solvant sous pression. Le matériau sera divisé pour faciliter l'extraction (des objets finis seront découpés en paillettes par exemple). L'extrait sera ensuite concentré par évaporation ou réduction sous vide modéré. Le concentrat pourra être analysé par chromatographie en phase gazeuse (CPG) et/ou chromatographie en phase liquide haute performance (CLHP) couplés à un spectromètre de masse (SM). La concentration correspondante aux pics sera déterminée en utilisant, comme étalons, une série d'hydrocarbures homologues qui auront un temps de rétention proche. Une comparaison avec les bibliothèques de spectre de masse disponibles sera aussi effectuée.
- **Analyse des substances volatiles** : en principe, les substances les plus volatiles sont éliminées lors des étapes de séchage et ne représentent pas un risque sanitaire. Si nécessaire, leur extraction du matériau (divisé sous forme de paillettes, par exemple) pourra s'effectuer par espace de tête dynamique, couplée avec une CPG/SM.

#### II.2.2- Contact avec des milieux alcoolisés ou gras

L'extraction sera réalisée comme au paragraphe précédent. La concentration ne devra pas dépasser la concentration maximale tolérable en contaminant dans le PET après décontamination déterminée à partir de l'étude de migration du paragraphe I.3.2.

<sup>10</sup> Volumes et surfaces internes des bouteilles 1,5 : 9,2 dm<sup>2</sup> ; 1 : 7 dm<sup>2</sup> ; 0,5 : 4,5 dm<sup>2</sup> ; 0,33 : 3,3 dm<sup>2</sup> (source : Syndicat des eaux minérales)



- 1 : Concentration Seuil (Eau & Acide Acétique 3%) = 4 mg/kg PET recyclé
- : Concentration Seuil (Éthanol 10% & Simulant Gras) : déterminée par les tests de migration (§ I.3.2.b)
- 2 : Concentration Seuil correspondant à la masse molaire du contaminant (fig. 2)

Figure 3 : Protocole de recherche des contaminants et de vérification de l'inertie du PET décontaminé dans le cadre du contrôle par l'industriel.

**Autres recommandations concernant les industriels utilisateurs de PET recyclé**

Le producteur de PET recyclé devra indiquer aux industriels utilisateurs le taux maximal de PET recyclé pouvant entrer dans la composition de leur matériaux ou objets. Le taux maximal utilisable ne devra pas dépasser celui figurant dans la demande d'évaluation (paragraphe I.1 Objet de la demande).

**Annexe 2:** Guidelines on submission of a dossier for safety evaluation by EFSA of a recycling process to produce recycled plastics intended to be used for manufacture of materials and articles in contact with foods. *The EFSA Journal 2008.*

**Opinion of the Scientific Panel on food additives, flavourings, processing aids and materials in contact with food (AFC) on**

**Guidelines on submission of a dossier for safety evaluation by the EFSA of a recycling process to produce recycled plastics intended to be used for manufacture of materials and articles in contact with food**

Question number EFSA-Q-2004-168

Adopted on 21/05/2008

**AFTER PUBLIC CONSULTATION  
AND DISCUSSION IN PANEL 21 MAY 2008**



INTRODUCTION.....	3
GENERAL PRINCIPLES OF SAFETY ASSESSMENT OF RECYCLED PLASTICS INTENDED TO BE USED FOR MANUFACTURE OF MATERIALS AND ARTICLES IN CONTACT WITH FOOD .....	4
SUBMISSION OF AN APPLICATION.....	5
INFORMATION TO BE SUPPLIED WITH AN APPLICATION FOR THE AUTHORISATION OF A RECYCLING PROCESS .....	5
1) Summary document.....	6
2) Administrative part.....	6
3) Technical Dossier.....	7
RE-EVALUATION OF A PROCESS .....	10
QUALITY ASSURANCE SYSTEM (QAS) .....	10
REFERENCES .....	11

## INTRODUCTION

According to the Regulation (EC) No 282/2008 on recycled plastic materials and articles intended to come into contact with foods (European Commission, 2008), hereafter referred to as “the Regulation”, recycled plastics used to manufacture materials and articles intended for food contact shall be obtained only from processes authorised by the Commission following a safety assessment performed by the European Food Safety Authority (EFSA). The Regulation also states that the recycling process shall be managed by a quality assurance system (QAS) that has to meet the requirements laid down in the Annex of Regulation (EC) No 2023/2006 (European Commission, 2006).

The purpose of these guidelines is to give guidance to applicants wishing to obtain authorization for production processes of recycled plastics according to the “Regulation”. It gives guidance on the administrative and technical data required and on the format of applications for the evaluation by the EFSA.

These guidelines apply to processes using mechanical recycling, whereby the collected plastics are ground into small pieces and decontaminated before being processed to new food contact materials. Chemical recycling processes, whereby the plastic is completely depolymerised into monomers and starting substances which are then reused in a polymerisation reaction are not in the scope of the Regulation and are not covered by these guidelines. Processes where the mechanical recycling is the main part of the whole process are in the scope of these guidelines provided that the plastic is not subsequently depolymerised.

In addition, these guidelines do not apply to the following materials which are not in the scope of the Regulation:

- (i) recycled plastics used behind a plastic functional barrier, as specified in Directive 2002/72/EC<sup>1</sup>, (European Commission, 2002)
- (ii) offcuts and scraps from the production of plastic food contact materials that have not yet been in contact with food and which are recycled within the manufacturing site or at another site where an audited quality assurance system is in place, that meets the requirements laid down in the Annex of Regulation (EC) No 2023/2006 (European Commission, 2006).

---

<sup>1</sup> According to the Commission Directive 2002/72/EC (European Commission, 2002), a plastic functional barrier means a barrier, consisting of one or more layers of plastic which ensures that the finished materials or articles are compliant with Regulation (EC) No 1935/2004, Art. 3 (European Commission, 2004), i.e. they do not transfer their constituents to food in amounts which could endanger human health or bring about unacceptable changes in the composition of the food or of its organoleptic properties.

## GENERAL PRINCIPLES OF SAFETY ASSESSMENT OF RECYCLED PLASTICS INTENDED TO BE USED FOR MANUFACTURE OF MATERIALS AND ARTICLES IN CONTACT WITH FOOD

The risks associated to the use of recycled plastic materials and articles in contact with foods come from the possible migration of chemicals such as:

- **Contaminants of the input**
  - **contaminants which may be introduced in the input stream by materials which are not suitable for food contact applications.** According to the Regulation, the plastic input shall originate from plastic materials manufactured in accordance with Community legislation on plastic food contact materials and articles. However if the sorting system is not completely efficient, the input stream may contain plastics manufactured from substances which have not been authorised for food contact applications (AFSSA 2007),
  - **incidental contaminants from previous uses including possible misuse.** Plastic containers designed for food may be misused by consumers who could use them to store chemicals which may be toxic and which may be present in the input (Begley *et al.*, 2002; FDA, 2002; FDA, 2006; Franz *et al.*, 2004a; Komolprasert and Lawson, 1994; Welle, 2005).
- **Chemicals used in the recycling process**, e.g. detergents, which may not be completely eliminated from the recycled plastic (AFSSA, 2007, Begley *et al.*, 2002, Welle, 2005).
- **Degradation products of the polymer or of plastic additives.** During the various steps of the recycling process, e.g. high temperature treatments, the polymeric chain may break down to smaller molecules and the additives may react and be converted into new compounds (Vilaplana *et al.*, 2007).

Chemicals are of concern if they are present in the recycled plastic and if they migrate into the food in amounts which could endanger human health (AFSSA, 2007; FDA, 2007, Pennarun *et al.*, 2005). The quality of the input, the efficiency of the recycling process to remove contaminants as well as the intended use of the recycled plastic are all crucial points for the risk assessment. Taking into account all potential sources of contamination of the input, it has to be demonstrated that the process is able to reduce it to levels not posing a risk to human health for the intended use of the final product (Franz *et al.*, 2004a; Komolprasert and Lawson, 1994; AFSSA, 2007; Coulier *et al.*, 2007; FDA, 2006).

The dossier submitted by the applicant shall include all the relevant information enabling the EFSA to perform a safety assessment. The EFSA will, where appropriate, issue opinions, recommendations, specifications or restrictions on the input, on the recycling process or on the use of the recycled plastic.

According to the Regulation, the QAS evaluation and audit will be performed by Member States and not by the EFSA. However, these guidelines do include a requirement for the QAS documentation to be provided when the applicant considers it relevant for the safety assessment.

It should be noted that these guidelines do not cover environmental aspects such as persistence in the environment, ecological impact of food contact materials constituents and their fate after the food contact material has been submitted to waste disposal treatment.

## **SUBMISSION OF AN APPLICATION**

Applicants should note that competent authorities in Member States will get full access to any dossier submitted to the EFSA (Art. 9 of the Regulation (EC) No1935/2004) (European Commission, 2004). It should also be noted that there will be public access to applications except for the parts which are clearly marked as confidential. Information of direct relevance to the safety evaluation cannot be confidential. Only information which might significantly harm the competitive position of the applicant can be treated as confidential. In such a case verifiable justification must be provided (Art. 19 and 20 of Regulation (EC) No 1935/2004) (European Commission, 2004).

Applications shall be submitted in accordance with Article 5 of the “Regulation”. The applicant shall provide all available data relevant for the evaluation by the EFSA. For the purposes of the current guidelines, the definitions laid down in the “Regulation” shall apply.

The applicant should submit a dossier with the full information, both on paper and in electronic format on standard physical media (CD-ROM). It has to be declared by letter that the electronic and the paper versions are identical.

In addition to the complete version with the full information, applicants are requested to provide a second version of the CD- ROM without the confidential information. This version will be made available to anyone who might submit a request to the EFSA, according to Regulation (EC) No 1935/2004, Art. 19 (European Commission, 2004).

Any specific literature reference (such as scientific papers) mentioned and used to support the petition must be supplied in the dossier as full length paper. When reference is made to a book or to extensive publications, only the relevant parts need be supplied.

Applicants may deviate from the guidelines, provided valid and documented scientific reasons are given in the dossier. In all cases the EFSA may request additional data.

## **INFORMATION TO BE SUPPLIED WITH AN APPLICATION FOR THE AUTHORISATION OF A RECYCLING PROCESS**

The dossier shall be composed of three sections: the summary document, the administrative part and the technical dossier. To allow a complete safety assessment, information is required in all the sections 1 to 3.

## 1) Summary document

The summary document shall summarise the information provided in the technical dossier and the safety evaluation of the process, including possible recommendations on restrictions of use and special applications. The summary document should follow the same order as described for the technical dossier. This document shall be a stand alone document.

If a reference is made to other documents, a summary of the relevant information in these documents shall also be given.

Applicants should also present their own conclusions, drawing attention to any unusual features in the data presented and their own evaluation of the process, including possible restrictions of use on special applications.

## 2) Administrative part

The data supplied shall identify the legal entities and the business involved, as well as the person in charge of the application.<sup>2</sup>

- 1) Name of the applicant (company, organisation, etc), address and other means of communication, e.g. telephone, telefax, e-mail.
- 2) Name of the business operator intended to be the authorisation holder (if different from above), address and other means of communication, e.g. telephone, telefax, e-mail.
- 3) Name of the person responsible for the application, address and other means of communication, e.g. telephone, telefax, e-mail.
- 4) Date of submission of the application.
- 5) Table of contents of the application.

---

<sup>2</sup> For conditions of authorisation of a recycling process, interested parties should refer to article 4 of Regulation (EC) No 282/2008 (European Commission, 2008) and to DG SANCO [http://ec.europa.eu/dgs/health\\_consumer/index\\_en.htm](http://ec.europa.eu/dgs/health_consumer/index_en.htm)

### **3) Technical Dossier**

#### **3.1 General information**

##### **3.1.1 General description**

This information is destined to be published in the Register of authorised recycling processes by the Commission services.

The subject of the application should be described clearly, with a description of the type of plastic and, in general terms, of the main key steps of the process, especially those contributing to removal of potential contaminants. Information on the intended use of the recycled plastic such as percentage in the final article, single-use or repeated-use applications, food types and contact conditions should also be provided. This part should not contain any data which cannot be disclosed to the public.

##### **3.1.2 Existing authorisations**

Any information concerning existing legislation and/or authorisations in EU Member States and other countries should be included.

It should be indicated whether the process has been already authorised as such (the same process, for the same plant), for the same company (e.g. on another plant) or a similar process (e.g. a process having similar characteristics and key steps). If available, the internet address for the authorisation should be supplied; a copy of an authorisation letter can be annexed. Any other useful and relevant information on the existing authorisations should be supplied.

In this section the applicant should provide information on the status of the recycling process, that is, if the process is already running or if it is going to be set up.

#### **3.2 Specific information**

##### **3.2.1 Recycling process**

In this section, the recycling process, that is the process to obtain the recycled plastic, starting from the input, should be described in detail.

A flow chart diagram showing the relevant key steps in the process should be included, accompanied by a short written description (1-2 pages) of the reported process steps.

Then, a more detailed description of all the relevant steps of the process, starting from the input and ending with the recycled plastic, or articles made of it, should be given. In accordance with the flow chart, the objective of each step should be indicated: e.g. input control, sorting, cleaning, drying, grinding or flake production, distribution, recollection.

The applicant should identify and describe the steps within the process that are applied to reduce the level of any contaminant possibly present in the input. In addition the issue of the chemicals used in the cleaning steps and of the possible degradation products of the polymer or of plastics additives should be addressed.

This section should be detailed enough to allow the EFSA to evaluate any possible risks to human health.

The applicant should highlight the parameters that are relevant to characterise the process and the relevant steps (e.g. temperatures, pressures, times, operative details, special devices). The applicant should demonstrate that the critical parameters related to the safety assessment are well controlled.

### 3. 2. 2 Characterisation of the input

In this section the applicant should demonstrate how it is ensured that the input does not contain chemicals which could survive the recycling process and migrate into food from the final food contact materials and articles in amounts which would be of concern for public health.

The applicant should describe the specifications for the input with regard to possible contaminants and the plan for evaluation and qualification of the suppliers based on their ability to meet specific requirements. Relevant information on the origin of the input should be provided (e.g. kerbside collection, deposit system, bins, bells, closed loop circuit etc.) with particular emphasis on the aspects of traceability and on the actions to prevent entry into the input stream of materials and articles not suitable for food contact applications. Identify the steps that are critical for the safety assessment.

#### 3.2.3 Determination of the decontamination efficiency of the recycling process

Chemical contaminants of concern are those which are not eliminated during the process, e.g. by washing or evaporation and which may migrate into food at levels which may be of concern for human health. This is related to the physical and chemical properties of the contaminants, mainly their polarity and their molecular weight. These two parameters influence the affinity to the polymer, to the washing media and to the food, the migration rate and the volatility.

To demonstrate the decontamination efficiency of the recycling process, specially designed tests are performed, called challenge tests in which sets of surrogate contaminants are used. These surrogates are substances with different molecular weight and polarity representative of all possible contaminants of concern (FDA, 1992; Pennarun *et al.*, 2005). The yield of decontamination (reduction of each surrogate level) of a recycling process should be determined by means of plastics spiked with surrogates, then submitted to all the steps of the recycling process. In these challenge tests, the surrogates shall be used at concentrations in the plastic allowing their easy analytical detection at the relevant stages of the process. Spike levels may be several orders of magnitude higher than realistic concentrations of contaminants. Sets of surrogates have been proposed in the literature, depending on the polymer and on its intended uses (Begley *et al.*, 2002; FDA, 1992; FDA, 2006; Pennarun *et al.* 2005; Franz *et al.*, 2004a; Vilaplana *et al.*, 2007).

All relevant experimental data shall be provided. The procedure and the results of challenge test(s) to determine the yield of decontamination after the relevant steps of the process should be described in detail. Experimental or theoretical considerations on the possible migration into the foods destined to come into contact should be laid out with clarity. Relevant scientific evidence supported by adequate documentation and / or scientific literature should be provided.

In many cases, the use of some machinery may have a strong impact on the yield of decontamination. Therefore it is acceptable that the challenge test is done by the producer of such a machinery.

### **3. 2. 4 Characterisation of the recycled plastic**

In this section, the applicant should provide relevant data showing that the recycled plastic produced (e. g. flakes, resins, materials etc.) is suitable for the manufacture of food contact materials and articles.

The applicant should identify the parameters that are important in characterising the recycled plastic and report their specifications (e.g. melt flow index, glass transition temperatures). If several grades of recycled plastics are characterised, the intended use of each grade should be indicated as it is described in the section 3.2.5.

### **3. 2. 5 Intended application in contact with food**

Detailed information on the type(s) of food intended to come in contact, along with the duration and temperature of the contact, the surface of plastic/volume of food ratio, single-use or repeated-use applications shall be provided to enable an evaluation of the possible migration (AFSSA, 2007; FDA, 2006; Franz *et al.*, 2004b; Welle, 2005).

### **3. 2. 6 Compliance with the relevant provisions on food contact materials and articles**

Any evidence to demonstrate that recycled plastic and/or the final materials and articles produced from it meet the requirements of the relevant provisions on food contact materials and articles should be provided.

### **3. 2. 7 Process analysis and evaluation**

Applicants shall perform their own risk analysis and give their own conclusions taking into account all the data above (AFSSA, 2007).

A justified identification of the critical steps should be provided. An analysis of the possible consequences of an incidental failure of compliance of some critical parameters with pre-established values, e.g. sorting efficiency, temperature range during washing or decontamination should be provided.

## RE-EVALUATION OF A PROCESS

Authorisation holders should note that any significant modification to the process could lead to a request for a re-evaluation of the process by the EFSA. Depending on the importance of the changes, the request for re-evaluation can range from a simple notification by letter to a complete dossier. A complete dossier shall be submitted when the parameter(s) modified is (are) critical for the safety assessment.

## QUALITY ASSURANCE SYSTEM (QAS)

Where appropriate, information on those parts of the Quality Assurance System (QAS) that are relevant for the safety assessment shall be submitted together with the technical dossier. The provided information should highlight only the key points of the QAS that ensure the recycled plastic meets pre-established criteria fundamental for compliance of the final material and articles with the relevant provisions on food contact materials. Certification of the QAS conformity to a relevant norm (e.g. ISO 9000) is not required by the Community provisions. However, when the QAS conformity to any relevant norm has been certified, the certification documents could be enclosed with the petition.

## REFERENCES

**Note:** The references cited below are those used by the EFSA to draft the guidelines. The reference section is not aimed to be an exhaustive bibliography.

AFSSA, Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments, 2007: Opinion of the French Food Safety Agency on the assessment of health risks associated with the use of materials made from recycled poly(ethylene terephthalate) intended for or placed in contact with foodstuffs and drinking water; <http://www.afssa.fr/Ftp/Afssa/38790-40715.pdf>

Begley, T. H., McNeal, T. P., Biles, J. E., Paquette, K. E., 2002: Evaluating the potential for recycling all PET bottles into new food packaging, *Food Additives and Contaminants*, **19**, Supplement, 135-143

Coulier L., Orbons H.G.M., Rijk R., 2007: Analytical protocol to study the food safety of (multiple-)recycled, **high-density polyethylene** (HDPE) and polypropylene (PP) crates: Influence of recycling on the migration and formation of degradation products, *Polymer Degradation and Stability*, **92**, 2016-2025

European Commission, 2002: Commission Directive 2002/72/EC of 6 August 2002 relating to plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuffs; OJ L 220 15.8.2002

European Commission, 2004: Regulation (EC) No 1935/2004 of the European Parliament and of the Council of 27 October 2004 on materials and articles intended to come into contact with food and repealing Directives 80/590/EEC and 89/109/EEC, OJ L 338 13.11.2004

European Commission, 2006: Commission Regulation (EC) No 2023/2006 of 22 December 2006 on good manufacturing practice for materials and articles intended to come into contact with food; OJ L 384 29.12.2006

European Commission, 2007: Document [SANCO 3447/2007] [Draft} Commission Regulation (EC) No [XXX/2008] on recycled plastic materials and articles intended to come into contact with foods and amending Commission Regulation (EC) No 2023/2006

European Commission, 2008: COMMISSION REGULATION (EC) No 282/2008 of 27 March 2008 on recycled plastic materials and articles intended to come into contact with foods and amending Regulation (EC) No 2023/2006

FDA, Food and Drug Administration, 1992: Points to consider for the Use of Recycled Plastics in Food Packaging: Chemistry Considerations, December 1992, <http://www.cfsan.fda.gov/~dms/opa-cg3b.html>

FDA, Food and Drug Administration, 2006: Use of Recycled Plastics in Food Packaging: Chemistry Considerations, Division of Food Contact Notifications HFS-275, Center for Food Safety and Applied Nutrition, Food and Drug Administration, 5100 Paint Branch Parkway, College Park, MD 20740 <http://www.cfsan.fda.gov/guidance.html>

Franz R., Bayer F. and Welle F., 2004a: Guidance and Criteria for Safe Recycling of Post Consumer Polyethylene Terephthalate into New Food Packaging Applications. Report EUR 21155 - Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities ISBN 92-894-6776-2 (the report will be available on the Ispra JRC web site and the link will then be added)

Franz R., Mauer A. and Welle F., 2004b: European Survey on Post-Consumer Poly(ethylene terephthalate) Materials to Determine Contamination Levels and Maximum Consumer Exposure from Food Packages Made from Recycled PET. *Food Additives and Contaminants* 21, 265 – 286

Komolprasert, V., Lawson, A., 1994: Residual contaminants in recycled polyethylene terephthalate – effects of washing and drying, 208<sup>th</sup> American Chemical Society National Meeting. Washington DC, August 25, 435-444

Pennarun P.Y., Saillard P., Feigenbaum A., Dole P., 2005: Experimental Direct Evaluation of Functional Barriers in **PET Recycled** Bottles: Comparison of Migration Behaviour of Mono- and Multilayers, *Packaging Technology and Science*; 18: 107–123

Vilaplana F., Ribes-Greus A., Karlsson S., 2007: Analytical strategies for the quality assessment of recycled high-impact **polystyrene**: A combination of thermal analysis, vibrational spectroscopy, and chromatography, *Analytica Chimica Acta* 604, 18-28

Welle F., 2005: Post-consumer contamination in **high-density polyethylene** (HDPE) milk bottles and the design of a bottle-to-bottle recycling process, *Food Additives and Contaminants*; 22: 999–1011

**Annexe 3** : Lettre de non-objection FDA du procédé Starlinger

DEPARTMENT OF HEALTH & HUMAN SERVICES

Public Health Service

Food and Drug Administration  
College Park, MD 20740

February 26, 2008

Frank Welle, Ph.D.  
Fraunhofer Institut  
Verfahrenstechnik und Verpackung  
Giggenhauser Str. 35  
D-85354 Freising  
GERMANY

Re: Prenotification Consultation (PNC) 641

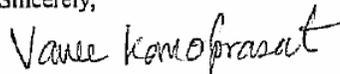
Dear Dr. Welle:

This is in response to your electronic submission (PNC 641), received on September 11, 2007 and amended on January 30, 2008, requesting on behalf of Starlinger & Co. GmbH (Starlinger) an opinion letter from FDA confirming the capability of Starlinger's secondary recycling process (referred to as "Viscostar") (called "Super Clean") to produce post-consumer recycled polyethylene terephthalate (PCR PET) that is of a purity suitable for use in the manufacture of articles in contact with all food types under Conditions of Use C through G, as described in Table 2 on our website: <http://www.cfsan.fda.gov/~rdb/opa-fcn3.html>.

We have reviewed Starlinger's recycling process as well as the information obtained from surrogate testing and migration modeling, which were submitted to demonstrate the capability of the Starlinger's secondary recycling process to remove potential contaminants from PCR PET. Based on our review of these data, we have determined that Starlinger's secondary recycling process, as described in the September 11, 2007 submission, would be effective in reducing potential contaminants from the feedstock, consisting of food and non-food PET containers, to levels that result in dietary concentrations below 0.5 ppb, FDA's threshold of regulatory concern. Therefore, we have concluded that Starlinger's secondary recycling process, as described in the September 11, 2007 submission, can produce PCR PET that is of a purity suitable for use in the manufacture of articles in contact with all food types under Conditions of Use C through G, as described in Table 2 on our website: <http://www.cfsan.fda.gov/~rdb/opa-fcn3.html>, provided that the PCR PET complies with 21 CFR 177.1630, and the feedstock consists of food and non-food PET containers, excluding industrial PET containers. If Starlinger's recycling process is modified, new data may be needed to be evaluated.

If you have any further questions concerning this matter, please do not hesitate to contact us.

Sincerely,



Vaneer Komolprasert, Ph.D., P.E.

Consumer Safety Officer

Division of Food Contact Notifications, HFS-275

Office of Food Additive Safety

Center for Food Safety

and Applied Nutrition

**Annexe 4** : Tableau de détermination des points critiques

Tableau de Détermination des points critiques (1/2)

Etape/		Danger	Question 1	Question 2	Question 3	Question 4	CCP
1	Paillettes	C - contaminants utilisation précédente C- résidus produits de lavage P - autres matières plastiques dont PVC P - éléments étrangers: bois, métaux, papier, sable...	Oui: polluants chimiques traités thermiquement, polluants physiques séparés grâce à un tri optique, filtres, détecteurs à métaux avant pré-sécheur	Ne s'applique pas	Oui: des contaminations avérées des paillettes ont lieu.	Oui: Unité Starlinger	
2	Réception Inspection Stockage	P-Introduction de corps étrangers et d'eau. (BPF)	Oui: inspection visuelle et stockage dans un entrepôt dédié à l'abri de la lumière. Si stockage à l'extérieur, BB est protégée par film PP car BB non étanche	Non	Oui: introduction de corps étrangers peut arriver notamment par l'utilisation de paillettes défectueuses	Oui: Dilution préparation matière, Tri optique, silo d'homogénéisation, détecteur à métaux, séchage et filtration lors de l'extrusion.	
3	Préparation matière	Déchargement et dilution	P-Introduction de corps étrangers notamment des morceaux de paillettes défectueuses (BPF)	Oui: contrôle du taux de contaminants de chaque lot ajouté sur la ligne et calcul du taux de dilution au niveau de l'extrusion.	Non		
		Tri optique	C- élimination insuffisante d'autres matières plastiques dont le PVC P- élimination insuffisante d'autres corps étrangers (métaux, bois...)	Oui: contrôle du rétrolavage et vitesse de changement des filtres qui augmentent avec le taux de contamination	Oui		CCP1
4	Alimentation pneumatique du sécheur via un silo tampon	Dépoussiéreur et détecteur à métaux	P-élimination insuffisante des poussières et des métaux (BPF)	Oui: contrôle visuel du niveau de poussière du pré-sécheur	Non: Il s'agit d'une sécurité pour protéger le sécheur	Ne s'applique pas	
5	Séchage	C- élimination insuffisante de l'humidité résiduelle des paillettes	Oui: contrôle conditions d'opération (température, temps de séjour, point de rosée)	Oui			CCP 2
6	Extrusion	C- génération produits de dégradation du PET*	Oui: suivi des conditions opératoires (température, niveau de dépression)	Non	Oui: produits de dégradation du PET	Oui: Dégazage Extrusion et SSP	CCP 3
		C- fonte insuffisante de la matière ou dégradation extrême de la matière		Non	Oui: production d'infondus	Oui: filtration extrusion	
		C- élimination insuffisante des gaz de fusion		Oui			
7	Granulation	P-élimination insuffisante des infondus et autres matières étrangères	Oui: suivi conditions opératoires, suivi du niveau de pression filtre et du déclenchement du rétrolavage, changement régulier des filtres	Oui			CCP 4
		C- apport de contaminants par l'eau de process	Non: pas de suivi contamination directe sur place, suivi contamination par traceur avec un conductimètre envisageable ou ne s'applique pas car on considère que le temps de contact avec le PET est trop court.				
		P- taille des granulés insuffisante	Oui: Contrôle horaire des la granulométrie	Non	Oui: taille des granulés inadaptée peut générer des poussières et diminuer le temps de séjour dans le réacteur	Oui: tamisage après centrifugation et contrôle de la granulométrie avant envoi vers la suite du process	

Tableau de Détermination des points critiques (2/2)

	Etape/	Danger	Question 1	Question 2	Question 3	Question 4	CCP
8	Centrifugation	C- élimination insuffisante de l'excès d'eau	Oui: Inspection visuelle et nettoyage de la centrifugeuse, mesure taux d'humidité des granulés amorphes avant envoi vers cristalliseur	Oui			CCP 5
9	Tamisage	P- granulométrie hétérogène	Oui: Maintenance de premier niveau (BPF)	Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	
10	Silo tampon	P- Introduction de corps étrangers (BPF)		Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	
11	Cristallisation	C- cristallisation insuffisante: risque d'agglomération des granulés	Oui: suivi des paramètres d'opération (température, temps de séjour)	Non: cette étape débute la cristallisation mais elle se poursuit tout au long du traitement thermique jusqu'à la SSP	Non		
12	SSP	C- Décontamination insuffisante (traceur: reprise de viscosité insuffisante)	Oui: suivi des paramètres d'opération (température, temps de séjour et maintien du vide dans le réacteur)	Oui			CCP 6
13	Condit. BB	P- Introduction de corps étrangers (BPF)	Oui: inspection visuelle BB, limitation du contact avec l'extérieur	Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	
14	Stockage	P- Introduction de corps étrangers C- Gain d'humidité (BPF)	Oui: Stockage dans un entrepôt dédié à l'abri de la lumière et des intempéries, limitation du contact avec l'extérieur	Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	Ne s'applique pas	

**Annexe 5 :** Récapitulatif des principales différences et similitudes des exigences de l'AFSSA et de l'EFSA

**Récapitulatif des principales différences et similitudes des exigences de l'AFSSA et de l'EFSA**

	<b>EFSA</b>	<b>AFSSA</b>
<b>Points communs</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ L'ensemble du procédé de recyclage est géré par un système d'assurance qualité. Ce système doit assurer la traçabilité des matières premières, des produits finis et du procédé de transformation du PET recyclé ;</li> <li>▪ Les produits recyclés doivent répondre aux exigences du règlement (CE)1935/2004 et la Directive 2002/72/EC ;</li> <li>▪ Il doit être démontré par un test de simulation ou par d'autres méthodes scientifiques que le procédé est en mesure de réduire toute contamination des matières plastiques à une concentration de présentant aucun risque pour la santé humaine ;</li> <li>▪ Le plastique collecté doit provenir de matières plastiques de qualité alimentaire. Si le système de collecte n'est pas assez efficace, on autorise la présence de quelques matières non destinées au contact alimentaire. Par conséquent le procédé de recyclage doit garantir l'élimination de contaminants accidentels ;</li> <li>▪ L'évaluation des risques sanitaires doit se faire depuis la collecte jusqu'à la production de PET recyclé ;</li> <li>▪ Une fois l'autorisation obtenue, tout changement effectué sur le process devra être déclaré pour une nouvelle évaluation.</li> <li>▪ Modalités de contrôle non définies</li> </ul>	
<b>Guide demande autorisation</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Les lignes directrices s'appliquent à tous les plastiques recyclés</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Les lignes directrices s'appliquent seulement au recyclage de PET</li> <li>▪ Destiné à une utilisation ordinaire du PET recyclé, à des températures supérieures ou égale à 40°C</li> </ul>
<b>Obligation réglementaire</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Les articles en plastique recyclé destiné au contact alimentaire ne peuvent être produits que par des procédés autorisés par la Commission Européenne.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pas d'obligation réglementaire</li> </ul>

**CONFIDENTIEL, NE PAS DIFFUSER**

	<b>EFSA</b>	<b>AFSSA</b>
<b>Dossier Technique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Détermination de la capacité de décontamination du procédé par le biais de challenge tests. Pas d'obligation dans les simulants de contaminants à utiliser.</li> <li>▪ Faire une étude théorique ou expérimentale de la migration</li> <li>▪ Le demandeur doit effectuer une évaluation des risques et donner ses conclusions</li> <li>▪ Les points critiques doivent être identifiés. Une analyse des conséquences possibles d'une défaillance sur les paramètres critiques devra être réalisée par ex : efficacité de la collecte, température du lavage, du process de décontamination...</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Les paillettes de PET devront contenir moins de 0,05 % d'autres matières que le PET après régénération</li> <li>▪ Evaluation de la capacité à décontaminer : basée tests avec PET vierge imprégné de 5 substances modèles déterminées</li> <li>▪ La performance de la décontamination doit être supérieure à 99% et de 90% pour les composés de masse moléculaire importante.</li> <li>▪ Tous les protocoles depuis l'imprégnation à l'analyse doivent être présentés.</li> <li>▪ Les Challenge tests doivent être réalisés par le recycleur</li> </ul>
<b>Système d'assurance qualité</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Pas de précisions sur les paramètres à suivre</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Précisions sur les paramètres à suivre et à comparer au PET vierge : Les paramètres physico-chimiques sont suivis par le recycleur : indice de viscosité, Tg, Tf</li> <li>▪ Présence de contaminant : taux de migration maximum autorisé : 1.5µg/kg d'aliment.</li> <li>▪ Masse molaire du contaminant présent à plus de 4 mg/kg PET sera déterminée puis un calcul de taux de migration sera effectué</li> <li>▪ Protocoles d'analyse doivent être conformes à la norme AFNOR NF V03-110</li> <li>▪ Recommandations sur les techniques de recherche de contaminants :HPLC ou CPG/SM</li> <li>▪ Pour le contact avec un milieu présentant des matières grasses ou des alcools un autre protocole doit être utilisé avec un simulant du milieu (eau + acide acétique ou éthanol + matières grasses).</li> </ul>
<b>Autres aspects</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Les dossiers de demande d'autorisation seront publics à exception des rubriques identifiées comme confidentielles. Une justification est alors nécessaire selon les art. 19 et 20 du règlement (CE)1935/2004 (compétitivité). L'information relevant de l'évaluation sanitaire ne peut pas être confidentielle.</li> </ul>	

Coquin	Marie-Catherine	Septembre 2008
<b>INGENIEUR DU GENIE SANITAIRE</b> Promotion 2008		
<b>CHEMICAL RISK ANALYSIS OF A SUPERCLEAN RECYCLING PROCESS TO PRODUCE RECYCLED PET FOR FOOD CONTACT AND IMPLEMENTATION OF THE AFSSA RECOMMENDATIONS</b>		
<p><b>Abstract :</b></p> <p>In order to develop new outcomes for recycled plastics and to comply with new regulation, France Plastiques Recyclage (FPR) decided to work on the recycling of polyethyleneterephthalate (PET) for food contact. A "Super-clean" recycling unit (extrusion-solid state polycondensation) with a capacity of 10000 t/year was installed in La Neuve Lyre (Normandie - France). However, to commercialize recycled PET (R-PET) in France, FPR has to prove that R-PET is safe and obtain the AFSSA agreement. Within this framework FPR has to carry out a process risk analysis.</p> <p>The goal of the study is to identify the chemical risks of R-PET for consumers in order to control them. A risk analysis based on HACCP was fulfilled. The reference used was the <i>Codex Alimentarius</i>.</p> <p>R-PET produced by FPR complies with AFSSA sanitary requirements. Risks generated during PET recycling are partly controled by FPR. Indeed, as FPR does not carry out collection, sorting and regeneration (washing and grinding), the company cannot guarantee that no contamination occurs during those steps. Nevertheless, the super-clean process is under control owing to the quality assurance system installed and the application of the AFSSA recommendations. Moreover, the HACCP system wil be implemented soon.</p> <p>The AFSSA submission dossier was written within the scope of this study. EFSA recently published guidelines on the european recycling process agreements. Therefore, this work will be the basis of the submission dossier for the european agreement.</p>		
<p><b>Mots clés :</b></p> <p>Recycled Polyéthylènetéraphthalate, HACCP, Chemical risks, Superclean recycling process, AFSSA, EFSA, food-contact material</p>		
<p><i>L'Ecole des Hautes Etudes en Santé Publique n'entend donner aucune approbation ni improbation aux opinions émises dans les mémoires : ces opinions doivent être considérées comme propres à leurs auteurs.</i></p>		

Coquin	Marie-Catherine	Septembre 2008
<b>INGENIEUR DU GENIE SANITAIRE</b> Promotion 2008		
<b>EVALUATION DU RISQUE SANITAIRE POUR LA  PROTECTION DU CONSOMMATEUR SUR UNE FILIERE  DE PRODUCTION DE PET RECYCLE DESTINE AU  CONTACT ALIMENTAIRE ET PRISE EN COMPTE  DES RECOMMANDATIONS DE L'AFSSA</b>		
<p><b>Résumé :</b></p> <p>Dans le but d'explorer de nouveaux marchés pour les matières recyclées et de répondre aux évolutions réglementaires en matière de recyclage des emballages plastiques, la société France Plastiques Recyclage (FPR) souhaite se développer dans le recyclage de polyéthylènetéréphtalate (PET) pour fabriquer des granulés de PET recyclés (R-PET) destinés au contact alimentaire. Une première usine équipée d'une ligne d'extrusion - polycondensation à l'état solide d'une capacité de 10000 t/an a été mise en route à La Neuve Lyre. Pour commercialiser le R-PET en France, FPR doit effectuer une demande d'autorisation auprès de l'AFSSA et démontrer que le R-PET produit ne contient pas de substances toxiques susceptibles de migrer vers la denrée alimentaire. Dans ce cadre et en tant que producteur responsable, FPR doit réaliser une analyse des risques de son procédé.</p> <p>L'objectif de cette étude est de déterminer les risques chimiques pour le consommateur liés au R-PET de grade alimentaire pour pouvoir les maîtriser lors du processus de recyclage. Pour cela une analyse des risques a été réalisée selon le référentiel HACCP tel que défini par le <i>Codex Alimentarius</i>.</p> <p>Les granulés recyclés produits par FPR répondent aux exigences sanitaires de l'AFSSA grâce au pouvoir décontaminant du procédé. Les risques générés lors du recyclage du PET sont en partie maîtrisables par le recycleur. En effet, comme FPR ne réalise pas les étapes de collecte, tri et régénération, elle ne peut pas garantir que le PET ne soit pas contaminé au cours de ces étapes. Néanmoins, le procédé de recyclage thermique est maîtrisé par FPR grâce au système d'assurance qualité et la prise en compte des recommandations de l'AFSSA. De plus, le système HACCP sera mis en place prochainement.</p> <p>La réalisation du dossier AFSSA s'est inscrit dans le cadre de ce mémoire. Suite à la publication des lignes directrices de l'EFSA pour une autorisation du procédé au niveau européen, l'étude réalisée servira de base pour l'élaboration de la demande d'autorisation européenne.</p>		
<p><b>Mots clés :</b></p> <p>Polyéthylènetéréphtalate recyclé, HACCP, risques chimiques, recyclage thermique, AFSSA, EFSA, emballages alimentaires</p>		
<i>L'Ecole des Hautes Etudes en Santé Publique n'entend donner aucune approbation ni improbation aux opinions émises dans les mémoires : ces opinions doivent être considérées comme propres à leurs auteurs.</i>		