

Bulletin officiel n°5996 du 20 hija 1432 (17-11-2011)

Arrêté conjoint du ministre de l'industrie, du commerce et des nouvelles technologies, de la ministre de la santé et du secrétaire d'Etat auprès de la ministre de l'énergie, des mines, de l'eau et de l'environnement, chargé de l'eau et de l'environnement n°3166-11 du 7 hija 1432 (4 novembre 2011) pris en application de l'article premier du décret n° [2-11-98](#) du 14 rejeb 1432 (17 juin 2011) pris pour l'application de la loi n° 22-10 relative à l'utilisation des sacs et sachets en plastique dégradé ou biodégradable.

LE MINISTRE DE L'INDUSTRIE, DU COMMERCE ET DES NOUVELLES TECHNOLOGIES;

LA MINISTRE DE LA SANTE;

LE SECRETAIRE D'ETAT AUPRES DE LA MINISTRE DE L'ENERGIE, DES MINES, DE L'EAU ET DE L'ENVIRONNEMENT, CHARGÉ DE L'EAU ET DE L'ENVIRONNEMENT,

Vu la loi n° 22-10 relative à l'utilisation des sacs et sachets en plastique dégradé ou biodégradable promulguée par le dahir n° [1-10-145](#) du 3 chaabane 1431 (16 juillet 2010) notamment son article 2;

Vu le décret n° [2-11-98](#) du 14 rejeb 1432 (17 juin 2011) pris pour l'application de la loi n° 22-10 relative à l'utilisation des sacs et sachets en plastique dégradé ou biodégradable, notamment son article premier,

ARRÊTENT:

**Chapitre I
Objet et définition**

Article 1

En application des dispositions de l'article premier du décret susvisé n°[2-11-98](#), le présent arrêté a pour objet de définir la composition des matériaux constituant les sacs et sachets en plastique visés au paragraphe 2 de l'article 2 de la loi n° 22-10 susvisée, la couleur, l'épaisseur du film, les caractéristiques d'écotoxicité ainsi que la durée de vie desdits sacs et sachets.

Article 2

Au sens du présent arrêté conjoint, on entend par:

Sacs et sachets dégradables : les sacs et sachets visés au paragraphe 2 de l'article 2 de la loi n° 22-10;

Les solides secs : la quantité de solides obtenus par prélèvement d'une quantité connue de matériau d'essai et séchage à 105° C environ à masse constante;

Les solides volatils : la quantité de solides obtenus en soustrayant les résidus d'une quantité connue de matériau après incinération à 550° C environ, de la quantité totale en solide secs du même échantillon;

Durée de vie: la durée de vie utile et la durée de dégradation;

Durée de vie utile : la durée pendant laquelle les sacs et sachets conservent leur stabilité des propriétés (période s'étalant depuis la fabrication des sacs et sachets jusqu'au consommateur final);

Durée de dégradation : la durée maximale pendant laquelle les sacs et sachets se dégradent dans l'environnement.

Chapitre II

La composition des matériaux constituant les sacs et sachets en plastique

Article 3

La concentration des éléments chimiques non organiques dans la composition des films constituant les sacs et sachets dégradables, ne doit pas dépasser les valeurs indiquées dans le tableau suivant:

ELEMENTS CHIMIQUES NON ORGANIQUE	CONCENTRATION MAXIMALE
	<i>Mg/kg DE MATIERE SECHE</i>
<i>As</i>	5
<i>Cd</i>	0.5
<i>Cr</i>	50
<i>Cu</i>	50
<i>F</i>	100
<i>Hg</i>	0.5
<i>Ni</i>	25
<i>Mo</i>	1
<i>Pb</i>	50
<i>Se</i>	0.75
<i>Zn</i>	150

Article 4

La concentration des éléments chimiques organiques dans la composition des films constituant les sacs et sachets dégradables, ne doit pas dépasser les valeurs indiquées dans le tableau suivant:

ELÉMENT CHIMIQUE NON ORGANIQUE	CONCENTRATION MAXIMALE
	<i>mg/kg DE MATIERE SECHE</i>
<i>2,4,4'-Trichlorobiphényle</i>	0,8
<i>2,2',5,5'-Tétrachlorobiphényle</i>	0,8

<i>2,2',4,5,5'-Pentachlorobiphényle</i>	<i>0,8</i>
<i>2,3',4,4',5-Pentachlorobiphényle</i>	<i>0,8</i>
<i>2,2',3,4,4',5'-Hexachlorobiphényle</i>	<i>0,8</i>
<i>2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphényle</i>	<i>0,8</i>
<i>2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphényle</i>	<i>0,8</i>
<i>HAP, fluoranthène</i>	<i>4</i>
<i>HAP, benzo(b) fluoranthène</i>	<i>2.5</i>
<i>HAP, benzo(a) pyrène</i>	<i>1.5</i>

Article 5

Les polymères utilisés pour la fabrication des films constituant les sacs et sachets dégradables doivent contenir un minimum de 80 % en masse de solides volatils.

Chapitre III

La couleur, l'épaisseur du film et les caractéristiques d'écotoxicité des sacs et sachets dégradables

Article 6

Les sacs et sachets dégradables doivent être transparents ou de couleur blanche.

La teinte de la matière constitutive doit être homogène. Elle ne doit pas présenter de dispersion, agglomérat ou particules dégradées susceptibles d'amoinrir la résistance mécanique des sacs et sachets dégradables.

Article 7

L'épaisseur minimale du film constituant les sacs et sachets dégradables doit être de 17,5 micron mètre. La tolérance sur l'épaisseur est de ± 10 %.

Les sacs et sachets dégradables doivent satisfaire aux essais relatifs à la mesure des épaisseurs, au choc, au remplissage ainsi qu'aux critères d'acceptabilité et ce conformément à la norme NM 11.4.050.

Article 8

Les caractéristiques d'écotoxicité appliquée sur les sacs et sachets dégradables sont les suivants:

- a) lorsqu'ils sont soumis à essai conformément à la méthode spécifiée à l'annexe B joint au présent arrêté conjoint, les films, à la dose d'essai, ne doivent présenter aucun effet statistiquement significatif sur l'émergence et la croissance des espèces sélectionnées;*
- b) lorsqu'ils sont soumis à essai conformément à la méthode spécifiée à l'annexe C joint au*

présent arrêté conjoint, les films, à la dose d'essai, ne doivent entraîner aucun effet léthal vis-à-vis de Eisenia fetida. L'effet léthal est considéré comme significatif uniquement si celui-ci excède 10 %. Ce pourcentage représente la valeur maximale admise dans les récipients témoins permettant de valider l'essai. De même, aucun effet inhibiteur, statistiquement significatif, sur la masse fraîche des vers ne doit être constaté en fin d'essai;

- c) *la comparaison des résultats obtenus, conformément à la méthode spécifiée à l'annexe D joint au présent arrêté conjoint, pour l'éluât du mélange d'essai (substrat d'essai + film à la dose d'essai) et celui du substrat d'essai ne doit mettre en évidence aucun effet significatif.*

Article 9

L'écotoxicité est évaluée sur un film dégradé, ayant subi au préalable un vieillissement, à l'aide de l'une des trois méthodes d'essai suivantes:

- a) *la méthode d'évaluation des effets d'un matériau sur l'émergence et la croissance de végétaux, spécifiée à l'annexe B;*
b) *la méthode d'évaluation des effets d'un matériau vis-à-vis des vers de terre par détermination de la toxicité aiguë spécifiée à l'annexe C;*
c) *la méthode d'évaluation de la toxicité chronique des eaux par inhibition de la croissance de l'algue d'eau douce, spécifiée à l'annexe D.*

Les échantillons des films destinés aux mélanges d'essais (annexe B paragraphe B3) utilisés dans les méthodes d'essais spécifiés, ci-dessus, doivent faire l'objet d'un vieillissement thermique en enceinte ventilée à 60° C (voir annexe D paragraphe D.2) pendant une durée de 250 heures.

Les essais d'écotoxicité doivent être effectués à la température ambiante n'excédant pas 30° C et à teneur en humidité du mélange constante, dans un délai de 30 jours à l'issue du vieillissement thermique selon les paragraphes a), b) et c).

Article 10

Sont dispensés de l'évaluation de l'écotoxicité, les sacs et sachets dégradables disposant d'une attestation de conformité par rapport à l'une des méthodes citées aux annexes B, C et D.

Dans le cas contraire, l'écotoxicité des sacs et sachets dégradables doit être évaluée selon les dispositions prévues par l'article 9 ci-dessus.

Chapitre IV

La durée de vie des sacs et sachets dégradables

Article 11

La durée de vie utile et la durée de dégradation des sacs et sachets dégradables sont respectivement de 12 mois et 3 mois. Ces sacs et sachets dégradables, doivent être à la fois thermo dégradables et photodégradables.

Les caractéristiques de dégradabilité et les caractéristiques mécaniques des sacs et sachets, cités au premier alinéa du présent article, sont évaluées selon le protocole cité en annexe A joint au présent arrêté conjoint.

Article 12

Le présent arrêté conjoint sera publié au Bulletin officiel.

Rabat, le 7 hija 1432 (4 novembre 2011).

*Le ministre de l'industrie, du commerce
et des nouvelles technologies,
AHMED REDA CHAMI.*

*La ministre de la santé,
YASMINA BADDOU.*

*Le secrétaire d'Etat
auprès de la ministre de l'énergie
des mines, de l'eau et de l'environnement,
chargé de l'eau et de l'environnement,
ABDELKEBIR ZAHOU.*

-
-
-

ANNEXE A

-

***Protocole de vérification
des caractéristiques de dégradabilité et caractéristiques
mécaniques des films utilisés dans la fabrication des
sacs et sachets pour une durée de vie de 12 mois et une
durée de dégradation de 3 mois.***

- A/ Les films, à l'état neuf, à base des polymères utilisés pour La fabrication des sacs et sachets doivent être à la fois thermo dégradable et photo dégradable; et sont évalués selon le schéma suivant:*
- a) **Etape 1** : Le film à l'état neuf, est soumis à un vieillissement thermique en enceinte ventilée à 60 °C pendant un temps donné (**voir tableau 1**). Cette étape permet:*
 - ط de vérifier que le film ne subit pas de dégradation pendant cette exposition.*
 - ط d'évaluer le comportement du film pendant le stockage avant usage.*
 - b) **Etape 2**: le film qui a subi l'étape 1 est ensuite soumis à un vieillissement thermique en enceinte ventilée à 60 °C pendant un temps donné (voir tableau 1).*

Cette étape permet:

- ⤴ de vérifier que le film a atteint un niveau suffisant de dégradation à l'issue du vieillissement thermique.
- ⤴ dévaluer le comportement du film dans le sol.

c) **Etape 3:** Le film à l'état neuf est soumis à un photo vieillissement accéléré au moyen de lampes à arc au xénon ou à vapeur de mercure moyenne pression (méthode de référence) pendant un temps donné (voir **tableau 1**) et dans des conditions spécifiées de température et d'humidité relative.

- ⤴ Cette étape permet d'évaluer l'aptitude du film à se dégrader en cas de dispersion dans l'environnement.

Pour chacune de ces étapes, la dégradabilité du film peut être évaluée par:

- ⤴ l'augmentation de l'absorbance à 1713 cm⁻¹ (par rapport au spectre initial) par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier, IR-TF l'augmentation de l'absorbance à 1713 cm⁻¹ caractérise l'accumulation des groupes carbonyles,
- ⤴ la variation des caractéristiques mécaniques qui doit être évaluée par la détermination de la variation de l'allongement à la rupture en traction par rapport à celui du film à l'état neuf.

*La première méthode doit être utilisée de préférence. La seconde méthode doit être utilisée lorsque le film, à base des polymères pour la fabrication des sacs et sachets dégradables, à essayer est opaque aux infrarouges, ou lorsque le spectre obtenu en IR-TF n'est pas exploitable (voir **Annexe G** paragraphe **G.4**).*

B/ L'exposition au vieillissement thermique correspondant aux étapes 1 et 2 doit être réalisée conformément à l'**Annexe E**.

L'exposition au photo vieillissement accéléré correspondant à l'étape 3 doit être réalisée conformément à l'**Annexe F**.

Le mesurage de l'absorbance par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier, IR-TF, doit être effectué conformément à l'**Annexe G**.

C/ Les caractéristiques d'allongement à la rupture, du film à base des polymères utilisés pour la fabrication des sacs et sachets dégradables, doivent être déterminées **conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes**, en utilisant cinq éprouvettes de type 2 avec une largeur de 10 mm découpées dans la direction longitudinale (MD), avec une vitesse de déplacement de 500 mm/min]

D/ Lorsque le film à base des polymères utilisé pour la fabrication des sacs et sachets dégradables est soumis à essai conformément aux méthodes d'essai spécifiées dans le **tableau 1**, ci-après, il doit satisfaire aux exigences prévues par le même tableau.

Tableau 1 Caractéristiques de dégradabilité (mesurage de l'absorbance)

<i>Etape</i>	<i>Méthode d'essai</i>	<i>Exigences</i>
--------------	------------------------	------------------

		<i>vieillissement thermique du Fil</i>	
<i>Etape 1: contrôle de la stabilité en stockage.</i>	<i>E.4.1</i>	<i>La variation d'absorbance linéique a 1713 cm⁻¹ après 250 h doit être inférieure à 2/10 000.</i>	
<i>Etape 2: contrôle de dégradabilité thermique (dans le sol)</i>	<i>E.4.2</i>	<i>Le nombre d'heures minimal pour atteindre une augmentation d'absorbance linéique 1/1000 à 1713 cm⁻¹ doit être de:</i>	
		<i>70h</i>	
	<i>Le nombre d'heures maximal pour atteindre une augmentation d'absorbance linéique de 1/1 000 à 1713 cm⁻¹ doit être de:</i>		
	<i>300h</i>		
<i>Etape 3</i>	<i>Annexe F</i>	<i>Photo vieillissement accéléré b du film</i>	
		<i>Lampes à arc au xénon</i>	<i>Lampes à vapeur de mercure moyenne pression</i>
		<i>Le nombre d'heures minimal pour atteindre une augmentation d'absorbance linéique de 1/100 à 1 713 cm⁻¹ doit être de:</i>	
		<i>100 h</i>	<i>70 h</i>
		<i>Le nombre d'heures maximal pour atteindre une augmentation d'absorbance linéique de 1/100 à 1 713 cm⁻¹ doit être de:</i>	
		<i>300 h</i>	<i>180 h</i>
<i>a- absorbance linéique: rapport de l'absorbance mesurée par spectrométrie à une longueur d'onde donnée et de l'épaisseur du film exprimée en micromètres (voir G.4). b En cas de litige, la méthode de référence est celle qui utilise la lampe à vapeur de mercure moyenne pression</i>			

*E/ Lorsque le film à base des polymères utilisé pour la fabrication des sacs et sachets dégradables est soumis à essai conformément aux méthodes d'essai spécifiées dans le **tableau 2**, ci-après, il doit satisfaire aux exigences prévues par le même tableau.*

**Tableau 2 Caractéristiques de dégradabilité
(mesurage de l'allongement à la rupture)**

<i>Etape</i>	<i>Méthode d'essai</i>	<i>Exigences</i>	
		<i>vieillessement thermique du Film</i>	
<i>Etape 1: contrôle de la stabilité en stockage.</i>	<i>E.4.6.3</i>	<i>La variation de l'allongement à la rupture doit être inférieure à 10 % de l'allongement à la rupture initial après 250 h.</i>	
<i>Etape 2: contrôle de dégradabilité thermique (dans le sol)</i>	<i>E.4.6.4</i>	<i>L'allongement à la rupture doit être supérieur à 90 % de l'allongement à la rupture initial, après une exposition de:</i>	
		<i>70 h</i>	
		<i>L' allongement à la rupture doit être inférieur à 10 % de l' allongement à la rupture initial, après une exposition de:</i>	
		<i>300h</i>	
<i>Etape 3</i>	<i>Annexe F</i>	<i>Photo vieillissement accéléré du film ^a</i>	
		<i>Lampes à arc au xénon</i>	<i>Lampes à vapeur de mercure moyenne pression</i>
		<i>L'allongement à la rupture doit être supérieur à 60% de l'allongement à la rupture initial, après une exposition de:</i>	
		<i>100 h</i>	<i>70 h</i>
		<i>L'allongement à la rupture doit être inférieur à 30 % de l'allongement à la rupture initial, après une exposition de:</i>	
		<i>300 h</i>	<i>180 h</i>
<i>a En cas de litige, la méthode de référence est celle qui utilise la lampe à vapeur de mercure moyenne</i>			

F/ Lorsque le film à base des polymères utilisé pour la fabrication des sacs et sachets dégradables est soumis à essai conformément aux méthodes d'essai spécifiées dans le tableau 3, ci-après, il doit satisfaire aux exigences prévues par le même tableau.

Tableau 3 Caractéristiques mécaniques

Caractéristiques	Unité	Exigences			Paramètres d'essai	Méthode d'essai
		Épaisseur nominale				
		≥5a	≥20b	≥50		
<i>Caractéristiques mécaniques d'un film à l'état neuf</i>						
Contrainte au seuil d'écoulement (MD, TD)	MPa	≥7	≥7	≥9	Eprouvettes type 2 Largeur éprouvette: 10 mm Nbre d'éprouvettes : 5 Vitesse d'essai : 500 Mm/min	Annexe 2
Contrainte à la rupture en traction (MD, TD)	MPa	≥20	≥20	≥16		
Allongement à la rupture en traction MD, TD	%	≥150 ≥300	≥300 ≥300	≥250 ≥250		
<i>a</i> 5um ≤ épaisseur nominale ≤ 20 um. <i>b</i> 20 um ≤ épaisseur nominale ≤ 50 um						

ANNEXE B**Evaluation des effets d'un matériau sur l'émergence et la croissance des végétaux****B.1 Principe**

Cet essai a pour objet d'évaluer les éventuels effets toxiques d'un matériau, incorporé dans un sol, sur l'émergence, les premiers stades de croissance et le développement de végétaux terrestres.

Les semences des espèces végétales sélectionnées sont plantées dans des pots contenant le mélange d'essai (**paragraphe B.3**) et des pots témoins, préparés en utilisant le substrat d'essai (**paragraphe B.2**). Les pots sont conservés dans des conditions assurant un développement satisfaisant des espèces sélectionnées pendant 14 jours à 21 jours après que 50 % des semis aient émergés dans les pots témoins. L'émergence et la masse sèche des pousses des végétaux d'essai sont comparées à celles des végétaux issus des pots témoins. Un minimum de deux espèces doit être sélectionné, comprenant au moins une espèce monocotylédone et une

espèce dicotylédone.

Les essais doivent être réalisés conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes. Ils sont répétés quatre fois par condition d'essai.

B.2 Substrat d'essai

Le substrat utilisé pour les essais est un sol naturel apte à la culture. L'origine du sol doit figurer dans le rapport.

Le sol doit être tamisé à 2 mm (tamis à mailles carrées) afin d'éliminer les macro- invertébrés et les résidus végétaux.

Le sol, une fois tamisé, doit présenter les caractéristiques suivantes:

- ⤴ le pH (H₂O), déterminé conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes, doit être compris entre 6 et 8;*
- ⤴ la teneur en particules fines (inférieure à 20 µm) ne doit pas excéder 20 % de la masse sèche;*
- ⤴ la teneur en carbone organique ne doit pas excéder 2 %.*

Si le sol n'est pas utilisé immédiatement après prétraitement, il doit être conservé à (4 ± 3)° C conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes.

B.3 Mélange d'essai

*Le film essayé, qui fait l'objet d'un vieillissement thermique préalable conformément au **paragraphe 2 de l'article 9**, est découpé sous forme de fragments de taille inférieure à 4 mm. Il est ensuite intimement mélangé au substrat d'essai (**Annexe B paragraphe B.2**) à la dose d'utilisation affectée d'un facteur multiplicatif de 100, soit la masse d'un mètre carré de film pour 3 kg de sol sec. Il est considéré qu'un hectare de sol représente 3 000 tonnes de matière sèche.*

Utiliser toute méthode appropriée (mélange manuel ou mécanique) permettant d'obtenir un mélange sol/film homogène.

ANNEXE C

Evaluation des effets d'un matériau vis-à-vis des vers de terre par la détermination de la toxicité aiguë

Cet essai a pour objet d'évaluer les éventuels effets toxiques aigus d'un matériau incorporé dans un sol, vis-à-vis des vers de terre Eisenia fetida.

*Les vers de terre sont placés, pendant 14 jours, dans des récipients contenant le mélange d'essai (**Annexe B paragraphe B.3**) et dans des récipients témoins, préparés en utilisant le substrat d'essai (**Annexe B paragraphe B.2**).*

Les essais doivent être réalisés conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes. Ils doivent être répétés quatre fois par condition d'essai.

ANNEXE D

-

Evaluation de la toxicité chronique des eaux par inhibition de la croissance de l'algue d'eau douce

D.1 Principe

*En complément des effets sur organismes terrestres, cet essai a pour objet de déterminer les éventuels effets toxiques de la fraction hydrosoluble du produit, évalués vis-à-vis de la croissance de l'algue verte unicellulaire (*Pseudokirchneriella subcapitata*).*

*Cet essai est réalisé sur l'éluat du mélange substrat d'essai/produit (**Annexe B paragraphe B.3**) ainsi que sur l'éluat du substrat d'essai (**Annexe B paragraphe B.2**).*

Des algues en phase exponentielle de croissance sont placées dans l'éluat du mélange d'essai ou du substrat d'essai à différentes dilutions en présence de concentré nutritif. Les solutions d'essai ainsi constituées sont maintenues en agitation et incubées sous illumination continue pendant une durée de 70 h. La croissance de la population, pour chaque solution d'essai, est comparée à celles de récipients témoins placés dans des conditions environnementales identiques.

D.2 Préparation de l'éluat

*La lixiviation du mélange d'essai (**Annexe B paragraphe B.3**) ou du substrat d'essai (**Annexe B paragraphe B.2**) est effectuée conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes. Après 24 h de lixiviation selon un ratio liquide/solide de 10, la phase liquide est séparée de la phase solide par décantation puis filtration sous pression au moyen d'un tamis de 0,45 um.*

D.3 Méthode d'essai

L'essai doit être réalisé conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes.

Les résultats obtenus sur l'éluat du mélange d'essai sont comparés à ceux obtenus sur l'éluat du substrat d'essai.

ANNEXE E

-

Vieillessement thermique

E.1 Principe

Dans l'étape 1, une éprouvette de film à l'état neuf est placée sur un porte-éprouvette pour déterminer l'absorbance initiale du film. Ensuite, le porte-éprouvette, sur lequel est fixée l'éprouvette, est soumis à un vieillissement thermique en enceinte ventilée à 60 °C pendant 250 h. L'absorbance du film est mesurée sur l'éprouvette au même endroit qu'à l'état neuf à l'issue de cette première exposition.

*Dans l'étape 2, le porte-éprouvette, sur lequel est fixée l'éprouvette qui a subi l'étape 1, est soumis en présence d'air à un vieillissement thermique en enceinte ventilée à 60°C pendant une durée donnée (**voir Tableau 1 ou 2**). L'absorbance du film est mesurée au même endroit sur l'éprouvette à l'issue de cette seconde exposition.*

Lorsque la variation des caractéristiques mécaniques est évaluée par la détermination de l'allongement à la

rupture en traction par rapport à celui du film à l'état neuf, les modes opératoires dès étapes 1 et 2 sont similaires. (Annexe E paragraphe E.6).

E.2 Appareillage

E.2.1 Enceinte ventilée, thermo régulée à la température de l'essai.

E.2.2 Thermomètre, avec une exactitude de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

E.2.3 Porte-éprouvette, comportant quatre zones d'exposition au faisceau IR, conforme à l'Annexe H.

E.3 Préparation et conditionnement de l'éprouvette

E.3.1 Eprouvette

Prélever une éprouvette destinée au porte-éprouvette (E.2.3).

E.3.2 Conditionnement

L'éprouvette doit être conditionnée pendant au moins 24 h à l'atmosphère normale $23/50 [(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}, (50 \pm 10) \text{HR}]$.

E.4 Mode opératoire (mesurage de l'absorbance)

E.4.1 Etape 1

Disposer l'éprouvette sur le porte éprouvette (E.2.3), et effectuer Le mesurage de l'absorbance initiale du film dans les quatre zones d'exposition conformément à L'Annexe G. Placer le porte-éprouvette, sur lequel est fixée l'éprouvette.

Régler la température de l'enceinte ventilée à $(60 \pm 2) \text{C}$.

Lorsque cette température est atteinte, introduire le sachet dans l'enceinte ventilée et le laisser pendant 250 h.

A l'issue de la durée d'exposition et après refroidissement à la température ambiante, retirer le sachet de l'enceinte ventilée, sortir le porte-éprouvette du sachet et effectuer le mesurage de l'absorbance du film aux mêmes endroits sur l'éprouvette dans les quatre zones d'exposition conformément à l'Annexe G.

E.4.2 Etape 2

Régler la température de l'enceinte ventilée à $(60 \pm 2) ^{\circ}\text{C}$.

Lorsque cette température est atteinte, introduire le porte-éprouvette sur lequel est fixée l'éprouvette qui a subi l'étape 1 dans l'enceinte ventilée et le laisser pendant la durée d'exposition choisie. A l'issue de la durée d'exposition et après refroidissement à la température ambiante, retirer le porte-éprouvette de l'enceinte ventilée et effectuer le mesurage de l'absorbance du film au même endroit sur l'éprouvette dans les quatre zones d'exposition conformément à l'Annexe G

Ne pas réaliser de mesure d'absorbance lorsque l'éprouvette est fissurée à l'endroit du mesurage.

E.4.3 Validation et expression des résultats

E.4.3.1 Etape 1

A l'issue de l'étape 1, calculer, la variation d'absorbance linéique moyenne pour l'éprouvette.

E.4.3.2 Etape 2

A l'issue de l'étape 2, calculer la moyenne des nombres d'heures pour atteindre l'augmentation d'absorbance linéique spécifiée au tableau 1.

E.5 Evaluation par le mesurage de l'allongement à la rupture.

E.5.1 Préparation et conditionnement des éprouvettes.

Prélever sur le film 15 éprouvettes de type 2 conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes, avec une largeur de 10mm découpées dans la direction longitudinale (MD).

E.5.2 Conditionnement

Les éprouvettes doivent être conditionnées pendant au moins 24h à l'atmosphère normale 23/50 [(23 ± 2) °C, (50 ± 10) HR].

E.5.3 Mode opératoire (mesurage de l'allongement à la rupture)

E.5.3.1 Etape 1

Effectuer le mesurage de l'allongement à la rupture en traction sur cinq éprouvettes à l'état neuf conformément, aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une vitesse d'essai de 500 mm/min.

Placer les 10 éprouvettes restantes.

Régler la température de l'enceinte ventilée à (60 ± 2)°C.

Lorsque cette température est atteinte, introduire le sachet dans l'enceinte ventilée et le laisser pendant 250 h.

A l'issue de la durée d'exposition et après refroidissement à la température ambiante, sortir les éprouvettes et effectuer le mesurage de l'allongement à la rupture en traction sur cinq éprouvettes conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une vitesse d'essai de 500 mm/min.

E.5.3.2 Etape 2

Régler la température de l'enceinte ventilée à (60 ± 2) °C.

Lorsque cette température est atteinte, introduire les cinq éprouvettes restantes qui ont subi l'étape 1 dans l'enceinte ventilée et le laisser pendant la durée d'exposition choisie. Maintenir l'humidité relative dans l'enceinte ventilée à une valeur ≤ 60% pendant toute la durée de l'étape 2.

A l'issue de la durée d'exposition, retirer les éprouvettes de l'enceinte ventilée, et après refroidissement à la température ambiante effectuer le mesurage de l'allongement à la rupture en traction sur les cinq éprouvettes conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une vitesse d'essai de 500 mm/min.

E.5.4 Validation et expression des résultats

E.5.4 1 Etape 1

A l'issue de l'étape 1, calculer la variation de l'allongement à la rupture moyenne pour chaque éprouvette.

E.5.4 2 Etape 1

A l'issue de l'étape 2, calculer la moyenne des allongements à la rupture après chaque durée d'exposition spécifiée au tableau 2.

ANNEXE F

Photo vieillissement accéléré

F.1 Principe

Dans l'étape 3, une éprouvette de film à l'état neuf est placée sur une porte-éprouvette pour déterminer l'absorbance initiale du film. Ensuite, l'éprouvette fixée sur Le porte-éprouvette est soumise à un photo vieillissement accéléré au moyen de lampes à vapeur de mercure moyenne pression pendant un temps donné et dans des conditions spécifiées de température et d'humidité relative. L'absorbance du film est mesurée sur l'éprouvette au même endroit qu'à l'état neuf à l'issue de cette exposition.

Lorsque la variation des caractéristiques mécaniques est évaluée par la détermination de l'allongement à la rupture en traction par rapport à celui du film à l'état neuf, le mode opératoire de l'étape 3 est similaire. Voir paragraphe F.6.

F.2 Appareillage

F.2.1 Appareillage d'exposition,

- a) *conforme aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes dans le cas d'un photo vieillissement accéléré au moyen de lampes à arc au xénon, ou*
- b) *conforme aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes dans le cas d'une photo vieillissement accéléré au moyen de lampes à vapeur de mercure moyenne pression.*

F.2.2 Porte-éprouvette

- d) *comportant quatre zones d'exposition, conforme à l'Annexe H pour les mesures de l'absorbance par spectrométrie IR-TF, ou*
- e) *adapté pour les mesures de l'allongement à la rupture (voir paragraphe 5).*

F.3 Préparation et conditionnement de l'éprouvette

F.3.1 Eprouvette

Voir E.3.1.

F.3.2 Conditionnement

Voir E.3.2.

F.4 Mode opératoire (mesurage de l'absorbance)

F.4.1 Photo vieillissement accéléré utilisant des lampes à vapeur de mercure moyenne pression

Disposer l'éprouvette sur le porte-éprouvette (F.2.2) et effectuer le mesurage de l'absorbance initiale du film dans les quatre zones d'exposition conformément à l'annexe G. Placer le porte-éprouvette dans l'appareillage d'exposition (F.2.1) et effectuer le photo vieillissement accéléré conformément au cycle sec numéro 1 prévu aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes pendant la durée d'exposition choisie.

A l'issue de la durée d'exposition, retirer le porte-éprouvette de l'appareillage d'exposition en vu d'effectuer le mesurage de l'absorbance du film aux mêmes endroits sur l'éprouvette dans les quatre zones d'exposition conformément à l'annexe G.

Ne pas réaliser de mesure d'absorbance lorsque l'éprouvette est fissurée à l'endroit du mesurage.

F.4.2 Photo vieillissement accéléré utilisant des lampes à vapeur de mercure moyenne pression.

Disposer l'éprouvette sur le porte éprouvette (F.2.2) et effectuer le mesurage de l'absorbance initiale du film dans les quatre zones d'exposition conformément à l'Annexe G.

*Placer le porte-éprouvette dans l'appareillage d'exposition (F.2.1) et effectuer le photo vieillissement accéléré conformément au cycle numéro 1 prévu aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales **correspondantes** pendant la durée d'exposition choisie.*

A l'issue de la durée d'exposition, retirer le porte éprouvette de l'appareillage d'exposition en vu d'effectuer le mesurage de l'absorbance du film aux mêmes endroits sur l'éprouvette dans les quatre zones d'exposition conformément à l'Annexe G.

Ne pas réaliser de mesure d'absorbance lorsque l'éprouvette est fissurée à l'endroit du mesurage.

F.4.3. Validation et expression des résultats

*A l'issue de l'étape 3, calculer la moyenne des nombres d'heures pour atteindre l'augmentation d'absorbance linéique spécifiée au **Tableau 1**, selon la méthode de vieillissement.*

F.5 Evaluation par le mesurage de l'allongement à la rupture

F.5.1 Préparation et conditionnement des éprouvettes

Prélever sur le film 10 éprouvettes de type 2 conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une largeur de 10mm découpées dans la direction longitudinale (MD).

*Le nombre d'éprouvettes prélevées peut être réduit à cinq lorsque les mesures de l'allongement à la rupture en traction réalisée sur le film à l'état neuf pour le vieillissement thermique (**voir E.6.3**) sont utilisées pour le photo vieillissement accéléré.*

F.5.2 Conditionnement

Voir E.5.2.

F.5.3 Mode opératoire.

E.5.3.1 Photo vieillissement accéléré utilisant des lampes à arc au xénon

Effectuer le mesurage de l'allongement à a rupture en traction sur cinq éprouvettes à l'état neuf conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une vitesse d'essai de 500 mm/min.

Placer le porte-éprouvette dans l'appareillage d'exposition et effectuer le photo vieillissement accéléré conformément au cycle sec numéro 1, prévu aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes pendant la durée d'exposition choisie.

A l'issue de la durée d'exposition, retirer le porte-éprouvette de l'appareillage d'exposition en vu d'effectuer le mesurage de mesurage de l'allongement à la rupture en traction sur cinq éprouvettes conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une vitesse d'essai de 500 mm/min.

F.5.3.2 Photo vieillissement accéléré utilisant des lampes à vapeur de mercure moyenne pression

Effectuer le mesurage de l'allongement à la rupture en traction sur cinq éprouvettes à l'état neuf conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une vitesse d'essai de 500 mm/min.

Placer le porte-éprouvette dans l'appareillage d'exposition et effectuer la photo vieillissement accéléré conformément à l'annexe 10 pendant la durée d'exposition choisie.

A l'issue de la durée d'exposition, retirer le porte-éprouvette de l'appareillage d'exposition en vue d'effectuer le mesurage de l'allongement à la rupture en traction sur cinq éprouvettes conformément aux normes marocaines ou à défaut aux normes internationales correspondantes avec une vitesse d'essai de 500 mm/min.

F.5.4 Validation et expression des résultats

A l'issue de l'étape 3, calculer la moyenne des allongements à la rupture après chaque durée d'exposition spécifiée au Tableau 2, selon la méthode de vieillissement.

ANNEXE G

-

Absorbance d'un film en polyoléfines par spectrométrie IR-TF

G.1 Principe.

La spectroscopie infrarouge est une spectroscopie vibrationnelle dans laquelle des bandes d'absorption à une longueur d'ondes spécifique permettent notamment de caractériser les liaisons des groupements chimiques d'une structure polymère.

Selon la géométrie de l'éprouvette à analyser différentes technologies infrarouges (IR) (transmission, réflexion partielle, photo acoustique, réflexion totale atténuée, microspectroscopie) peuvent être utilisées. Dans les cas des films, Il est courant d'utiliser la technologie par transmission qui permet d'effectuer des dosages quantitatifs.

La dégradation d'un polymère peut être caractérisée par l'apparition de nouvelles bandes d'absorption spécifiques de produits de photooxydation critiques provenant de la matrice polymère. Par exemple des bandes d'absorption correspondant à des composés chimiques incluant des carbonyles ou des hydroxyles.

Dans le cas de films en polyoléfines, la bande, correspondant aux groupes carbonyles, centrée à (1713 ± 2) cm^{-1} est utilisée.

Le mesurage de la variation absorbance (ou densité optique) par rapport à l'état initial, aux nombres d'ondes spécifiques de la bande d'absorption indiquée, permet d'exprimer le taux d'oxydation du matériau.

G.2 Appareillage

G.2.1 *Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF), étalonné, permettant d'enregistrer un spectre d'absorption en transmission sur une gamme comprise entre environ 4 000 cm^{-1} et 700 cm^{-1} , à une résolution d'au plus 4 cm^{-1} et capable d'effectuer au moins 16 balayages par spectre.*

G.2.2 *Porte-éprouvette, dispositif permettant de placer avec exactitude l'échantillon par rapport au faisceau IR. Voir Annexe H.*

G.3 Mode opératoire

G.3.1 Préparation des éprouvettes

Mesurer l'épaisseur de l'éprouvette film à l'aide d'un micromètre.

Eviter toute pollution de l'éprouvette due aux doigts, aux adhésifs ou à l'encre de marqueur.

Stocker les éprouvettes dans des conditions sèches avant l'analyse de façon à retirer l'eau susceptible de perturber le spectre d'absorption.

G.3.2 Configuration de l'éprouvette dans le spectromètre

Disposer l'éprouvette dans le spectromètre de manière que le faisceau IR passe toujours au même endroit de l'éprouvette dans le cas de mesurages successifs et, si possible, au centre de la surface exposée.

G.3.3 Mesurage

Dans le cas d'un spectromètre IR-TF à simple faisceau, faire l'acquisition des données successives avec les mêmes paramètres que ceux utilisés à l'état initial pour l'éprouvette essayée (taille du faisceau IR, nombre de balayages).

Enregistrer le spectre obtenu avant tous traitements spectraux comme l'intensité, la ligne de base ou les corrections de lissage.

La variation d'absorbance à la longueur d'onde spécifique de 1713 cm^{-1} est déterminée par comparaison avec le spectre à l'état initial ou sur la base de la tangente aux limites de la bande d'absorption.

La variation d'absorbance linéique à la longueur d'onde spécifique de 1713 cm^{-1} est obtenue en divisant la valeur précédente par l'épaisseur du film, exprimée en microns.

G.4 Limites d'utilisation de la méthode

Lorsque le spectre obtenu n'est pas exploitable, la variation des caractéristiques mécaniques du film doit être évaluée par la détermination de l'allongement à la rupture en traction.

NOTE l'utilisation de la méthode de détermination de l'absorbance d'un film en polyoléfines par spectrométrie IR-TF peut être limitée par certains facteurs tels qu'une opacité à l'IR trop importante, des franges d'interférences ou une saturation du pic d'absorbance correspondant à la bande d'absorption retenue.

- f) opacité du film trop importante dans l'infrarouge: en présence de charges absorbantes, l'opacité du film peut devenir trop importante dans l'infrarouge. Dans ce cas, soit aucun spectre n'est observable et la méthode est inapplicable, soit il est observé une dérive de la ligne de base, qui se traduit par une utilisation non fiable de la méthode.*
- g) Franges d'interférences: ce phénomène peut se produire lors de l'étude de films minces (d'épaisseur inférieure à 50 μm); ces franges d'interférences se traduisent sur le spectre, par une ondulation de la ligne de base, ondulation de longueur d'onde variable le long du spectre. Il est particulièrement gênant lorsque son amplitude est du même ordre de grandeur que les faibles variations d'absorbance à mesurer, et il ne permet pas une définition unique de la ligne de base. le choix de la ligne de base ne peut se faire qu'à la fin de l'essai en tenant compte de l'élément perturbateur représenté par cette ondulation.*
- h) Saturation du pic d'absorbance à 1713 cm^{-1} : lorsque l'absorbance du pic à 1713 cm^{-1} excède la valeur 2, il n'existe plus de rapport pertinent entre la valeur lue de l'absorbance et l'évolution chimique du matériau. Dans, ce cas le mesurage n'est plus significatif.*

ANNEXE H

Porte-éprouvette pour les essais de vieillissement

*Les porte-éprouvettes utilisées pour l'essai de vieillissement thermique (**Annexe E**) et de photo vieillissement accéléré (**Annexe F**) sont également utilisés pour la mesure de l'absorbance par spectrométrie IR-TF (**Annexe G**).*

Un porte-éprouvette se présente sous la forme de deux plaquettes qui prennent en « sandwich » l'éprouvette exposée. Ces plaquettes doivent être fabriquées dans des matériaux inertes par exemple de l'acier inoxydable ou des alliages non oxydables d'aluminium. Le laiton, l'acier ou le cuivre ne doivent pas être utilisés à proximité des éprouvettes d'essai.

La figure H.1 montre un type de porte-éprouvette qui comporte quatre zones d'exposition au faisceau IR permettant ainsi de réaliser quatre mesurages lors d'une seule exposition.

