



COPRO asbl Organisme impartial de Controle de Produits pour la Construction Z.1 Researchpark - Kranenberg 190 -1731 Zellik		
☎ 02 468 00 95 📠 02 469 10 19	info@copro.eu www.copro.eu	TVA BE 0424.377.275 KBC 426-4079801-56

PRESCRIPTIONS TECHNIQUES	PTV	881
	Version 4.0	13-09-2012

**PRODUITS DE SAUPOUDRAGE :
MICROBILLES DE VERRE, GRANULATS ANTIDERAPANTS ET
MELANGE DE CES DEUX COMPOSANTS**

0. Sommaire

1. Introduction.....	3
2. Domaine d'application	3
3. Références normatives	3
4. Définitions.....	3
4.1. Microbilles de verre	3
4.2. Granulats antidérapants	3
4.3. Grains de verre	3
5. Exigences pour les produits selon NBN EN 1423.....	3
6. Prescriptions complémentaires pour les produits	4
6.1. Microbilles de verre	4
6.2. Granulats antidérapants transparents	5
6.3. Granulats antidérapants non transparents	6
6.4. Mélange de microbilles de verre et de granulats antidérapants.....	6
7. Description des essais	6
7.1. Présence d'un traitement de surface.....	6

1. Introduction

En raison de la publication de la norme Européenne harmonisée NBN EN 1423:2012 une révision du PTV 881:3.0 était nécessaire. Les principaux changements sont les règles concernant la teneur en substances dangereuses.

En outre, quelques méthodes d'essai qui étaient décrites dans la version précédente du PTV 881 sont désormais à présent reprises dans la norme NBN EN 1423:2012.

Le présent document a été rédigé et approuvé par le conseil consultatif «Produits de marquage routier» de COPRO.

2. Domaine d'application

Le présent document normatif a pour bût de définir et de fixer les spécifications, les critères de conformité complémentaires et les méthodes d'essais correspondantes des produits de saupoudrage non repris dans les articles de la norme NBN EN 1423:2012.

Note : Toutes les caractéristiques spécifiées dans ce norme ne sont pas d'application pour le marquage CE.

Les microbilles de verre de prémélange, décrites dans la norme NBN EN 1424, ne sont pas concernées par ce document.

3. Références normatives

(Celles qui ne sont pas reprises dans la NBN EN 1423:2012)

NBN EN 1423:2012	Produits de marquage routier – Produits de saupoudrage – Microbilles de verre, granulats antidérapants et mélange de ces deux composants.
NBN EN 1436 + A1	Produits de marquage routier – Performance des marquages routiers pour les usagers de la route.
G0025	Systèmes de marquages routiers – Champ d'homologation sur route.

4. Définitions

4.1. Microbilles de verre

Voir NBN EN 1423.

4.2. Granulats antidérapants

Voir NBN EN 1423.

4.3. Grains de verre

Particules de verre à arêtes vives destinées à être utilisées comme granulats antidérapants.

5. Exigences pour les produits selon NBN EN 1423

Les exigences sont stipulées dans la norme NBN EN 1423.

6. Prescriptions complémentaires pour les produits

6.1. Microbilles de verre

6.1.1. Traitements de surface des microbilles de verre (Article 4.1.1 de la NBN EN 1423)

6.1.1.1. Classes de traitements de surface

Des traitements de surface appropriés sur les microbilles de verre sont possibles.

On distingue les classes suivantes :

- pas de traitement,
- hydrofugation,
- flottaison,
- amélioration de l'adhérence,
- enrobage par des initiateurs de polymérisation,
- autres traitements de surface visant à améliorer les performances des marquages telles que définies dans la norme NBN EN 1436.

La présence du traitement de surface est testée comme indiqué à l'article 7 de ce PTV.

6.1.1.2. Domaines d'application

Les traitements de flottaison, d'amélioration de l'adhérence, d'enrobage par des initiateurs de polymérisation, ou autres sont associés à la nature des produits de marquage, en ce sens qu'ils sont adaptés à la formulation de chaque producteur. Leur efficacité ne peut donc être valorisée que via une homologation "système", couvrant le produit de marquage et les microbilles de verre.

Cependant, le producteur de microbilles peut proposer certains traitements génériques, adaptés à certaines catégories de produits de marquage, définies à la fois par le type (peinture, enduit à chaud, enduit à froid, marquage routier préformé) et les classes de liants et/ou solvants.

Les essais s'appliquent sur des classes de microbilles de verre se distinguant par le traitement de surface et peuvent porter :

- soit, simplement sur la présence d'un traitement de surface; aucune garantie n'est donnée quand à son efficacité. C'est habituellement le cas pour les traitements génériques;
- soit sur son efficacité : L'efficacité de traitements génériques peut le cas échéant être évaluée en mesurant les performances selon G0025.

6.1.1.3. Critères

Hydrofugation

La totalité des microbilles de verre doit s'écouler à travers le col de l'entonnoir, sans arrêt.

Flottaison

Lorsque cette propriété est revendiquée, il y a lieu de mentionner le type de phase liquide pour lequel elle s'applique.

- Traitement de flottaison pour les phases liquides organiques :
Le pourcentage minimal de microbilles flottantes estimé visuellement, est :
 - sur le xylène : 90 %;
 - sur le n - heptane : 75 %;
 - sur le tétrachloroéthylène : 75 %.
- Traitement de flottaison pour phases liquides aqueuses :
Le pourcentage minimal de microbilles flottantes est de 75 %.

Traitement d'adhérence

Exigences à définir.

Enrobage par des initiateurs de polymérisation

La quantité de peroxyde doit être supérieure ou égale à 3 g/kg de produit fini.

6.1.2. Granularité des microbilles de verre (Article 4.1.3 de la NBN EN 1423)

La granularité des microbilles de verre doit être conforme aux spécifications prévues au paragraphe 4.1.3 de la norme NBN EN 1423.

Par produit présenté (caractérisé par son D – d), le producteur doit déclarer, pour chaque ouverture de maille, les valeurs minimales et maximale de refus.

Les classes de granularité standards suivantes sont proposées (dimensions en µm, même quand les tamis sont définis en mm) : 600 – 125 (voir ci-dessous), 710 – 125, 1000 – 355, 850 – 425, 1400 – 600, 1700 – 710, 1700 – 1000, 1180 – 125, 1700 – 355.

D'autres classes peuvent être proposées moyennant justification technique, en vue d'améliorer les caractéristiques performantielles du produit de marquage.

- p.e. Microbilles de saupoudrage : type 600 – 125 µm.

Ouverture des mailles en µm	Refus cumulés au tamis (% en masse)
710	0 – 2
600	0 – 10
355	30 – 70
212	70 – 100
125	95 – 100

6.1.3. Substances dangereuses pour microbilles de verre (Article 4.1.4 de la NBN EN 1423)

Les exigences pour la teneur en substances dangereuses sont :

- As : Classe 1 : ≤ 200 ppm (mg/kg)
- Pb : Classe 1 : ≤ 200 ppm (mg/kg)
- Sb : Classe 1 : ≤ 200 ppm (mg/kg)

6.2. Granulats antidérapants transparents

6.2.1. Granularité des granulats antidérapants transparents (Article 4.2.2 de la NBN EN 1423)

La granularité des granulats antidérapant transparents doit être conforme aux spécifications prévues au paragraphe 4.2.2 de la norme NBN EN 1423.

Par produit présenté (caractérisé par son D – d), le producteur doit déclarer, pour chaque ouverture de maille, les valeurs minimales et maximales de refus.

6.2.2. Substances dangereuses pour les granulats antidérapants transparents en verre (Article 4.2.3 de la NBN EN 1423)

Les exigences pour la teneur en substances dangereuses sont :

- As : Classe 1 : ≤ 200 ppm (mg/kg)
- Pb : Classe 1 : ≤ 200 ppm (mg/kg)
- Sb : Classe 1 : ≤ 200 ppm (mg/kg)

6.2.3. Aspects de durabilité pour les granulats antidérapants transparents (Article 4.2.4 de la NBN EN 1423)

Le coefficient de friabilité doit être déterminé selon la NBN EN 1423, sur un échantillon représentatif avec une granularité entre 0,2 mm et 2 mm.

6.3. Granulats antidérapants non transparents

6.3.1. Granularité des granulats antidérapants non transparents (Article 4.3.3 de la NBN EN 1423)

La granularité des granulats antidérapants non transparents doit être conforme aux spécifications prévues au paragraphe 4.3.3 de la norme NBN EN 1423.

Par produit présenté (caractérisé par son D – d), le producteur doit déclarer, pour chaque ouverture de maille, les valeurs minimales et maximales de refus.

6.3.2. Aspects de durabilité pour les granulats antidérapants non transparents (Article 4.3.4 de la NBN EN 1423)

Le coefficient de friabilité doit être déterminé selon la NBN EN 1423, sur un échantillon représentatif avec une granularité entre 0,2 mm et 2 mm.

6.4. Mélange de microbilles de verre et de granulats antidérapants

Les microbilles de verre et les granulats antidérapants doivent satisfaire aux exigences du présent PTV 881. Les essais sont à réaliser sur les composants séparément.

La détermination de la proportion du mélange microbilles de verre et granulats antidérapants est à réaliser selon l'essai spécifié dans la NBN EN 1423.

La teneur en granulats anti-dérapants dépend des niveaux de performance à atteindre en coefficient de luminance rétro-réfléchie et en rugosité.

Des niveaux de performance à atteindre sont définis dans la norme NBN EN 1436.

Note : L'attention de l'utilisateur est attirée sur le fait qu'il est impossible d'obtenir simultanément des performances maximales en rétro-réflexion et en rugosité.

7. Description des essais

Cet article reprend uniquement les ajouts aux méthodes d'essai de la norme NBN EN 1423.

7.1. Présence d'un traitement de surface

7.1.1. Flottaison

- *Traitement de flottaison pour phases liquides organiques.*

L'essai est réalisé selon la méthode spécifiée dans la NBN EN 1423.

- *Traitement de flottaison pour phases liquides aqueuses.*

Le traitement est démontré sur des billes « fines ». L'essai se fait sur le passant au tamis de 500, 425, ou 355 μm . L'essai est réalisé selon le mode opératoire suivant :

- remplir d'eau un récipient à fond plat ;
- prendre des billes dans une spatule et les saupoudrer délicatement sur la surface immobile (la spatule doit être maintenue très près de la surface de l'eau et agitée doucement pour faire glisser les billes sur la surface) ;
- estimer visuellement le pourcentage de billes flottantes.

7.1.2. Enrobage par des initiateurs de polymérisation

- Solutions à préparer :

- Iodure de sodium : préparer une solution saturée en diluant 18,4 g d'iodure de sodium anhydre dans 10 ml d'eau. La solution doit être préparée journalièrement et conservée à l'obscurité. Elle doit être limpide ;
- Chlorure de fer : préparer une solution mère (à 1 g/l) en diluant 250 mg de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 250 ml d'acide acétique glacial. On prépare régulièrement une solution finale de concentration 5 mg/l en diluant 200 fois la solution mère dans de l'acide acétique glacial ;
- Amidon (facultatif) : on pèse 0,5 gr d'amidon "soluble", on le mélange soigneusement dans quelques ml d'eau froide. On verse la pâte obtenue dans 100 ml d'eau bouillante, on fait bouillir environ 2 minutes (jusqu'à ce que la solution devienne transparente) et on filtre la solution à chaud.

- Consignes de sécurité :

Les manipulations d'acide et de chloroforme se font sous une hotte aspirante.

- Mode opératoire :

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on pèse $10 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ avec une précision de 10^{-4} g de produit à tester. On ajoute 10 ml de chloroforme et 15 ml d'une solution fraîchement préparée de chlorure de fer III à 5 mg/l.

On agite pour dissoudre le peroxyde.

On fait passer de l'azote dans le flacon de manière à obtenir une fossette à la surface du liquide, ceci pendant 2 minutes.

On ajoute ensuite 2 ml de solution d'iodure de sodium (toujours sous flux d'azote) et on bouche le flacon. Agiter doucement et laisser reposer une heure à l'obscurité (la solution prend une coloration jaune foncé en présence de peroxyde). La température de réaction doit être d'environ 20°C .

Pour le dosage, on ajoute 50 ml d'eau déminéralisée. On titre ensuite par une solution de thiosulfate de sodium 0,1 N jusqu'à obtention d'une coloration jaune pâle. Pour plus de précision, on ajoute 3 ml de la solution d'amidon, la solution vire au bleu et on termine le titrage lorsque la solution est tout à fait incolore. On note le volume V_1 de thiosulfate utilisé pour le titrage.

On recommence les opérations ci-dessus avec un produit non traité pour déterminer V_2 .

- Calculs :

Teneur en oxygène actif (%) = $(V_1 - V_2) \times N \times 8 \times 100/m$,

Teneur en peroxyde (%) = teneur en oxygène actif $\times M/16$,

V_1 = ml de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'échantillon,

V_2 = ml de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer le blanc,

N = normalité de la solution de thiosulfate (N = 0,1),

M = masse de produit en mg,

M = masse molaire du peroxyde (suivant les déclarations du producteur; par exemple, M = 242 pour le peroxyde de benzoyle).

Etant donné les conditions opératoires, le calcul simplifié $(V_1 - V_2) \times 1,21$ donne directement la quantité de peroxyde en gramme par kg de produit.
