29. Produits de marquage

29.01 CONFECTION DES EPROUVETTES.

29.02 CORDONNEES TRICHROMATIQUES ET FACTEUR DE LUMINANCE β.

29.03 ESSAI DE PISTOLABILITE.

29.04 DETERMINATION DU REFUS AU TAMIS DE 0,180 mm.

29.05 MESURE DE LA VISCOSITE.

29.06 COEFFICIENT DE LUMINANCE RETROREFLECHIE R_L (MESURES STATIQUES).

29.07 TENEUR EN BILLES DE VERRE.

29.08 TENEUR EN TIO_2.

29.09 MASSE VOLUMIQUE.

29.10 TENEUR EN SOLVANT(S) AROMATIQUE(S).

29.11 EXTRAIT SEC EN MASSE (PEINTURE).

29.12 ETERMINATION DU DELTA PERTE AU FEU.

29.13 MASSE SURFACIQUE.

29.14 TENEUR EN CENDRES.

29.15 ESSAI DE SECHAGE (PEINTURE).

29.16 ESSAI DE DURETE (PEINTURE).

29.17 ESSAI D'ADHERENCE DU FILM AU SUPPORT.

29.18 ESSAI DE RESISTANCE A L'ABRASION.

29.19 ESSAI DE VIEILLISSEMENT ACCELERE.

29.20 ESSAI DE STABILITE SUR REVETEMENT BITUMINEUX.

29.21 ESSAI DE RESISTANCE AUX PRODUITS DE DEVERGLAÇAGE.

29.22 ESSAI DE RUGOSITE (ADHERENCE SRT).

29.23 ESSAI D'ELASTICITE (PEINTURE).

29.24 STABILITE DE LA COULEUR A HAUTE TEMPERATURE.

29.25 ESSAI DE RESISTANCE AU VIEILLISSEMENT ACCELERE.

29.26 RAMOLLISSEMENT.

29.27 RESISTANCE A BASSE TEMPERATURE.

29.28 RESISTANCE A L'USURE.

29.29 ADHERENCE DES PRODUITS PREFORMES COLLES.

29.30 ESSAI DE REACTIVITE.

29.31 ESSAI DE BONNE TENUE AU STOCKAGE.

29.01 CONFECTION DES EPROUVETTES

Eprouvettes de laboratoire

A. Les peintures

– **Supports.**

La nature et les dimensions des supports destinés à recevoir les applications du produit sont fixées comme suit :

a) Plaques de verre de 15 cm x 15 cm, d'une épaisseur de 3 mm.
Ces plaques de verre sont neuves et doivent être propres, dégraissées et sèches.

b) Plaques de fibrociment comprimées et autoclavées de 15 cm x 15 cm d'une épaisseur de 3,2 mm et dont la face lisse est constituée par un émail minéral. Après léger ponçage au papier abrasif 400 C, la face non émaillée des plaques est utilisée pour la réalisation de l'essai de dureté.

c) Plaques de fibrociment bitumées : plaques de type identique à celles du b) ci-avant; toutefois la face non émaillée de ces plaques est traitée au moyen d'un solvant approprié.
L'application de cette solution de bitume se fait au pinceau à raison de 0,6 à 1,0 g par face. Ces supports sont utilisés au plus tôt 7 jours après l'application de la solution de bitume.

d) Papier traité au silicone de 18 cm x 11 cm minimum.

Les plaques de verre et les plaques de fibrociment destinées aux essais doivent séjourner à température ambiante et à l'abri de la poussière au moins pendant 24 heures avant leur utilisation.

– **Application du produit.**

Application du produit type A1

L'application doit se faire avec le produit tel qu'il est fourni, perlé, sans adjonction de diluant. Mis à part pour l'essai de pistolabilité, les applications sont faites au moyen du filmographe qui permet de réaliser des applications de 140 mm x 150 mm au taux de 1000 g/m² de peinture humide.

Pour la préparation des éprouvettes, une tolérance de 5 % est admise sur ce taux.

Application du produit Type B

Après mélange des composants dans les proportions prévues par le fabricant, la confection des éprouvettes est identique au Type A1.

Application du produit type A2

L'application doit se faire avec le produit tel qu'il est fourni sans adjonction de diluant.

Les applications sont faites au moyen du filmographe qui permet de réaliser des applications de 140 mm x 150 mm au taux de 700 g/m² (essai de rugosité) et 1000 g/m² de peinture humide.

Pour la préparation des éprouvettes, une tolérance de 5 % est admise sur ce taux.

– **Conservation des éprouvettes.**

Immédiatement après l'application, les éprouvettes sont pesées puis mises à sécher en position horizontale dans un local normalement aéré, la température ambiante étant maintenue à (23 ± 2)°C et le degré hygrométrique entre 50 % et 70 %.

Dans ce local, tout travail poussiéreux ou pouvant provoquer des émanations de gaz ou de vapeur est proscrit.

B. Les produits thermoplastiques

– **Supports.**

La nature et les dimensions des supports destinés à recevoir l'application du produit pour la confection des éprouvettes sont fixées comme suit :

a) plaques de fibrociment de 15 cm x 15 cm comprimées et autoclavées, d'une épaisseur de 3,2 mm et dont la face lisse est constituée par un émail minéral.

b) plaques en aluminium de 15 cm x 15 cm d'une épaisseur de 0,6 mm, dégraissées au solvant et revêtues ou non de vernis d'accrochage.

– **Application du produit.**

Les échantillons d'une épaisseur de 3 mm sont préparés selon la méthode BS 3262 part. 1 - 1989 à l'aide d'un bac de coulée (voir figure 29.01/1).

Avant application, chauffer le bac de coulée et les plaques servant de support dans l'étuve contenant l'échantillon à couler (à la température d'application indiquée par le fabricant).

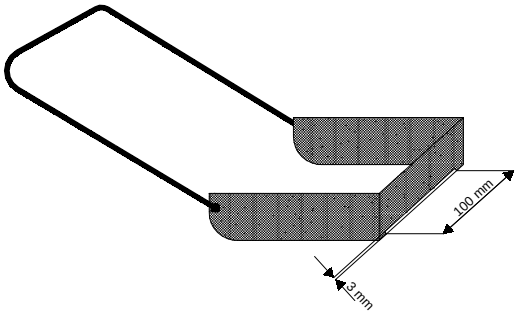

Fig. 29.01/1

Application du type G2

Le type G2 est appliqué selon les prescriptions du fabricant.

C. Les enduits à froid de Type F1

– Supports.

La nature et les dimensions des supports destinés à recevoir les applications du produit sont fixées comme suit :

a) plaques de verre de 15 cm x 15 cm, d'une épaisseur de 3 mm. Ces plaques de verre sont neuves et doivent être propres, dégraissées et sèches.

b) Papier traité au silicone de 15 cm x 15 cm.

Les plaques de verre destinées aux essais doivent séjourner à température ambiante et à l'abri de la poussière au moins pendant 24 heures avant leur utilisation.

– Application du produit.

L'application du composant "a" doit se faire avec le produit tel qu'il est fourni. Les applications sont faites au moyen du filmographe qui permet de réaliser des applications de 135 mm x 150 mm au taux de 1000 g/m².

Pour la préparation des éprouvettes, une tolérance de 5 % est admise sur ce taux.

Le composant "b" est saupoudré à l'aide d'une boîte à saupoudrer (voir fig. 29.01/2) selon les proportions stipulées par le fabricant + 10 % (pour compenser la différence entre la largeur de 150 et 135). L'application du composant "b" doit se faire immédiatement.

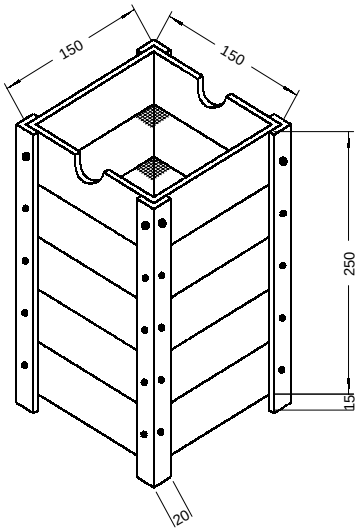

Fig. 29.01/2

DESCRIPTION DE LA BOITE A SAUPOUDRER

* Une succession de 5 tamis de 5 cm de hauteur, de mailles carrées de 1 mm de côté et réunis entre eux par des cornières en aluminium 20/20.

* Le tamis supérieur est pourvu de deux encoches permettant la dépose d'un tube plastique ∅ 32 mm coupé dans le sens de la longueur. Ce tube est destiné à stocker la quantité nécessaire de produit de saupoudrage et à renverser pour assurer le saupoudrage du support recouvert du composant "a", placé sous la boîte à saupoudrer.

Les billes traversant les 5 tamis donnent un saupoudrage homogène.

D. Les produits préformés

– Supports.

La nature et les dimensions des supports destinés à recevoir l'application du produit pour la confection des éprouvettes sont fixées comme suit :

- plaques d'aluminium de 15 cm x 15 cm, d'une épaisseur de 0,6 mm, dégraissées au solvant;
- plaques de fibrociment bitumées de 15 cm x 15 cm comprimées et autoclavées, d'une épaisseur de 3,2 mm, et dont la face lisse est constituée par un émail minéral;
- pour l'essai de rétroréflexion, les éprouvettes ont 20 cm x 40 cm;
- plaque de verre de 15 cm x 15 cm dégraissée.

– Application du produit.

Appliquer le primaire recommandé par le fabricant, et le produit de marquage sur le support en quantité adéquate, suivant les prescriptions du fournisseur en appliquant une pression d'au moins 45 N/cm².

– Conservation des éprouvettes.

Immédiatement après l'application, les éprouvettes sont pesées puis mises à sécher en position horizontale dans un local normalement aéré, la température ambiante étant maintenue à (23 ± 2)°C, et le degré hygrométrique entre 50 % et 70 %.

Dans ce local, tout travail poussiéreux ou pouvant provoquer des émanations de gaz ou de vapeur est proscrit.

29.02 COORDONNEES TRICHROMATIQUES ET FACTEUR DE LUMINANCE β

Références de base : - Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- EN 1436 Produits de marquage routier - Performances des marques appliquées sur la route

1. But de l'essai

Déterminer la couleur d'un échantillon.

2. Principe de la méthode

Les coordonnées trichromatiques x et y sont mesurées sur plaquettes de laboratoire

3. Appareillage

- Plaquette en aluminium de dimensions minimales de 150 mm x 75 mm x 0,6mm (plaquette de laboratoire)
- Appareil de laboratoire permettant soit des mesures directes des tristimuli X, Y et Z définis dans le système de référence colorimétrique CIE 1931 à l'aide de détecteurs filtrés, soit des mesures spectrales suivies du calcul des coordonnées trichromatiques.
- L'appareil dispose d'une source lumineuse ayant une distribution spectrale normalisée D65 conformément à la norme ISO/CIE 10526.
- La géométrie est définie par la situation 45/0, soit un éclairage à 45° ± 5° et une observation à 0° ± 10°. Les angles se mesurent par rapport à la normale à la surface du support.

4. Mode opératoire

Les plaquettes de mesures sont préparées suivant le mode opératoire prévu pour la confection des éprouvettes (CME 29.01).
Effectuer les mesures au moyen de l'appareil.
Il convient que la surface totale de mesure soit de 5 cm² au minimum.

5. Calcul

Les stimuli X, Y et Z sont des valeurs de mesure intermédiaires. Le stimulus Y est converti en facteur de luminance β ou mesuré directement dans cette échelle. Le facteur de luminance est une mesure de la blancheur du marquage. Les stimuli X, Y et Z sont convertis en coordonnées x, y. Les coordonnées x et y sont utilisées pour déterminer la couleur.
La valeur prise en considération est la moyenne de 5 mesures effectuées sur la même éprouvette.
Mesurer en 5 endroits sur l'éprouvette (M_e) et en 5 endroits sur une référence connue (M_r) pour une mesure indirecte.

La mesure prise en considération est la moyenne de 5 mesures effectuées sur la même éprouvette.

Mesure indirecte

Calculer le facteur de luminance par la formule :

$$\beta = \frac{M_e}{M_r} \cdot \beta_r$$

où :

β_r est le facteur de luminance de la référence fournie par le C.R.R.

6. Expression des résultats

Les valeurs x , y sont arrondies à la 3ème décimale et β à la 2^{éme} décimale.

29.03 ESSAI DE PISTOLABILITE

Référence de base : Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Examiner si le produit s'applique de façon uniforme et au taux désiré.

2. Principe de la méthode

Le produit est pistolé sur un support en verre. Le produit doit former un film continu sans formation de " fils "observables par transparence.

3. Appareillage

- hotte ventilée de section moyenne de 1,20 m². Le volume d'aspiration est de 5000 m³ environ
- éprouvette en verre
- pistolet d'ouverture de 1 mm
- compresseur, manomètres

4. Mode opératoire

Cet essai s'effectue au moyen d'un pistolet d'ouverture 1 mm.
La pression d'alimentation en air est réglée à 0,3 MPa (3 bar) et la pression dans le pot à 0,1 MPa (1 bar).Les essais d'application se font sous hotte ventilée.
L'éprouvette de verre est mesurée (S) et tarée (P_1).
Le produit est appliqué au taux de 1.200 g/m² en 3 passes maximum, la distance pistolet-éprouvette est comprise entre 20 et 30 cm.
On pèse l'éprouvette immédiatement après l'application (P_2)

5. Calcul

Le taux d'application (T) est donné en g/m² et se calcule comme suit :

$$T=\frac{P_1 - P_2}{S}$$

6. Expression des résultats

Le taux d'application est donné en grammes par m², arrondi au gramme le plus proche.

Le produit doit, en outre, former un film continu, sans formation de "fils" observable en examinant l'éprouvette de verre par transparence. Tout produit qui, ayant reposé 10 minutes, ne peut s'appliquer convenablement dans les conditions décrites ci-avant à cause de la formation d'un dépôt est considéré comme n'ayant pas réussi l'essai. Ce produit est refusé et les autres essais ne sont pas exécutés.
Le rapport mentionne si le test est réussi ou non.

29.04 DETERMINATION DU REFUS AU TAMIS DE 0,180 mm

Références de base :

- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- Norme NBN EN 933-2, Partie 2 : Détermination de la granularité -Tamis de contrôle.
- EN 1423 : 1997 Produits de marquage routier - Produits de saupoudrage - Microbilles de verre, granulats antidérapants et mélange de ces deux composants

1. But de l'essai

Eliminer les produits avec des charges trop grossières qui ne pourraient s'appliquer correctement par airless.

2. Principe de la méthode

On vérifie que le produit passe entièrement au tamis de 0,180 mm

3. Appareillage

- balance capable de peser au 0,0001 près de la masse pesée ;
- tamis de 0,180 mm ;
- dichlorométhane , acétate d'éthyle ou butyle ;
- récipients, louches ;
- pinceau.

4. Mode opératoire

D'un pot de peinture préalablement agité vigoureusement afin de disperser les constituants, une prise d'essai de 200 g environ est prélevée et pesée (P_1).
On verse le produit sur un tamis de 0,180 mm. On lave le tamis jusqu'à ce que le solvant soit clair. On passe, légèrement, un pinceau sur le tamis afin de favoriser la désagrégation des agglomérats. Après plusieurs rinçages au solvant adéquat, on pèse le refus sur le tamis (P_2).

5. Calcul

On calcul le refus (R) suivant la formule :

$$R = 100 \cdot \frac{P_2}{P_1}$$

6. Expression des résultats

Le résultat du refus est donné en %, arrondi à la première décimale.
Tout produit présentant un refus non nul, est refusé et les autres essais ne sont pas exécutés.

29.05 MESURE DE LA VISCOSITE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ASTM D 562 – 81 – Standard test method for consistency of paints using the Stormer Viscosimeter

1. But de l'essai

Eviter les produits de consistance trop élevée, difficiles à mettre en œuvre correctement.

2. Principe de la méthode

On mesure la viscosité du produit à l'aide du viscosimètre Stormer.

3. Appareillage

- viscosimètre KREBS-STORMER

4. Mode opératoire

Se référer à ASTM D 562-81
La viscosité est mesurée à (25 ± 1) °C.

5. Expression des résultats

La consistance du produit est exprimée en unité KREBS (K.U.).
Le résultat est la moyenne de deux lectures qui ne s'écartent pas de plus de 5 % de la valeur moyenne.
Le rapport mentionne les valeurs individuelles, la moyenne et la charge (g) nécessaire pour produire 200 tours/min.

29.06 COEFFICIENT DE LUMINANCE RETROREFLECHIE R_L (MESURES STATIQUES EN LABORATOIRE)

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 1871 Produits de marquage routier - Propriétés physiques
- EN 1436 Produits de marquage routier - Performances des marques appliquées sur la route

1. But de l'essai

Les mesures de la visibilité de nuit s'effectuent dans des conditions qui simulent la situation d'un usager de la route dans une voiture de tourisme, dont les projecteurs se situent à une hauteur de 0,65 m et les yeux du conducteur à une hauteur de 1,2 m au-dessus de la chaussée. La distance d'observation est de 30 m. L'angle d'observation α est de 2,29° (angle formé par la direction centrale d'observation et le plan de la surface du marquage), et l'angle d'éclairage ε est de 1,24° (angle formé par la direction centrale d'éclairage et la surface du marquage).

2. Principe de la méthode

Le coefficient de luminance rétroréfléchie représente la luminance du marquage tel qu'observé par un usager de la route dans une situation typique de nuit, lorsque le marquage n'est éclairé que par les projecteurs de son véhicule.

Le coefficient de luminance rétroréfléchie R_L d'un marquage routier s'obtient par l'équation suivante :

$$R_L = \frac{L}{E_\perp} \ (\text{mcd.m}^{-2}\,\text{lx}^{-1})$$

où :

L = la luminance de la surface dans un éclairage produit par une seule source lumineuse sous un angle faible par rapport à la direction d'observation dans laquelle la luminance est déterminée ($\text{mcd}\cdot\text{m}^{-2}$)

$E_\perp$ = l'éclairement créé par la source, à hauteur de la zone de mesure, sur un plan perpendiculaire à la direction d'éclairage (lx).

3. Appareillage

– Plaquettes en aluminium (CME 29.01)
  Les mesures sont réalisées au moyen d'un luminancemètre conforme à l'annexe B de la norme EN 1436

4. Mode opératoire

Etalonnage

L'appareil doit être étalonné avant le début des mesures au moyen d'une plaque de référence.

Mesures

La surface minimale de la zone de mesure doit être de 50 cm². Pour certains marquages routiers profilés, présentant un espacement important entre les profils, la longueur de la zone totale mesurée doit inclure au moins un espacement. Le meilleur résultat est obtenu quand la longueur totale inclut un multiple exact d'espacements. L'ensemble de la surface doit recevoir un éclairage uniforme.

5. Calcul

Pour les mesures en laboratoire, le coefficient de luminance rétroréfléchie est la moyenne des mesures effectuées sur trois plaquettes différentes, à raison de trois mesures réparties sur chaque plaquette.

6. Expression des résultats

Le coefficient de luminance rétroréfléchie est exprimé en $mcd \cdot m^{-2} \cdot lx^{-1}$, arrondi à l'unité la plus proche.

Le rapport mentionne les valeurs individuelles de chaque plaquette ainsi que la valeur moyenne.

29.07 TENEUR EN BILLES DE VERRE

Références de base : - Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 12802 : 1997 Equipement de la route - Signalisation routière horizontale - Méthodes de laboratoire et identification
- L'appendice D de la BS 3262 part. 1 - 1989

1. But de l'essai

Estimer la teneur en billes de verre de prémélange dans le produit de marquage.

2. Principe de la méthode

On lave le produit sur un tamis de 0,045 mm

3. Appareillage

- Balance capable de peser au 0,0001 près de la masse pesée;
- tamis de 0,045 mm;
- Solvant adéquat ou mélange de solvants adéquats.

4. Mode opératoire

Peintures

L'analyse porte sur une prise de 25 g environ de produit homogène. Cette prise est pesée au 0,01 g près (P_1). L'échantillon est dilué dans le dichlorométhane. La séparation des billes de verre est obtenue par décantation et lavage sur tamis de 0,045 mm d'ouverture et rinçage à l'aide du solvant.

On pèse le refus (R) au tamis de 0,045 mm, après séchage à 105 °C jusqu'à masse constante (P_2).

On obtient ainsi la teneur en billes de verre de prémélange plus éventuellement le refus au tamis de 0,045 mm d'autres charges.
Le pourcentage des charges est estimé par analyse microscopique.

Produits thermoplastiques

L'essai est réalisé suivant la méthode décrite dans l'appendice D de la BS 3262 part. 1 - 1989

5. Calcul

Le refus est calculé par la formule :

$$R = 100 \cdot \frac{P_2}{P_1}$$

De ce refus, il est déduit le pourcentage estimé des autres charges.
La différence obtenue est la teneur en billes de verre.

6. Expression des résultats

La teneur en billes de verre est la moyenne de deux déterminations ; elle est donnée en % de la masse du produit total et arrondie au pour cent le plus proche.
Le rapport mentionne également les valeurs individuelles.

29.08 TENEUR EN TIO_2

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- EN 1436 Produits de marquage routier - Performances des marques appliquées sur la route
- Norme ASTM D 1394-76 (1991) Chemical Analysis of White Titanium Pigments

1. But de l'essai

Déterminer la teneur en pigment du produit.

2. Principe de la méthode

Il existe deux méthodes pour déterminer la teneur en dioxyde de titane
- soit un dosage titrimétrique
- soit un dosage par colorimétrie

3. Appareillage

- centrifugeuse
- tamis de 0,045 mm
- étuve réglée à (110 ± 5) °C
- balance capable de peser au 0,0001 près de la masse pesée
- mortier en agate
- creuset en platine
- $NaKCO_3$ et $Na_2B_4O_7$
- chalumeau ou four
- eau déminéralisée
- Acide sulfurique 35,6 N
- appareil : Jones Reductor (ASTM D1394)
- amalgame Zn - Hg
- CCl_4
- Solution de $FeCl_3$ à 10 %
- H_3PO_4 45 N
- $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N
- Indicateur : solution saturée de diphénylamine sulfonate de baryum
- solution 0,1 N de $KMnO_4$
- burettes graduées

4. Mode opératoire

Dosage titrimétrique

Centrifuger la suspension passant au tamis de 0,045 mm et résultant de la teneur en billes de verre;
Laisser sécher une nuit à (110 ± 5)°C;
Broyer le culot séché dans un mortier en agate;
Prélever 0,25 g du culot broyé et les placer dans un creuset de platine;
Ajouter 5 g d'un mélange constitué de 3/4 de $NaKCO_3$ et de 1/4 de $Na_2B_4O_7$
Réaliser une fusion;
Après fusion, le contenu du creuset est repris dans 100 ml d'eau déminéralisée et 25 ml d'acide sulfurique (35,6 N);
Opérer la réduction du Ti^{4+} en Ti^{3+} dans un appareil adapté contenant l'amalgame Zn - Hg qui est décrit dans la norme ASTM D.1394. Une demi-cuillère de $NaHCO_3$ est ajoutée afin d'éliminer l'oxygène dissous;
Une agitation mécanique de l'amalgame et du contenu du creuset est assurée au sein de l'appareil durant 15 minutes;
Ajouter 15 ml de CCl_4 pour séparer les phases;
Ajouter 10 ml d'une solution de $FeCl_3$ à 10 % pour permettre la réaction :

$$Ti^{3+} + Fe^{3+} \rightarrow Ti^{4+} + Fe^{2+}$$

Ajouter 10 ml de H_3PO_4 (45 N) pour permettre la complexation du Fe^{3+} en excès;
Titrer le Fe^{2+} obtenu par une solution de $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N, en se servant de 5 à 6 gouttes d'une solution saturée de diphénylamine sulfonate de baryum comme indicateur, ou à l'aide d'une solution 0,1 N en $KMnO_4$;

Dosage du TiO_2 par colorimétrie

Peser environ 150 mg de pigment centrifugé (précision : 0,001 g), finement broyé et homogénéisé, dans un creuset en platine.
Ajouter ± 10 g de pyrosulfate de potassium en poudre, pour analyse.
Procéder à la fusion acide jusqu'à fusion complète.
Dans un bécher de 250 ml, ajouter 75 ml d'eau distillée (ou déminéralisée) et 25 ml d'H_2SO_4 concentré, pour analyse.
Refroidir le creuset en platine en plongeant le fond du creuset dans le mélange H_2O/H_2SO_4 ou si on préfère (pour sécurité) uniquement dans l'eau, puis addition de la quantité de H_2SO_4 nécessaire.
Retourner le creuset dans le mélange H_2O/H_2SO_4 et chauffer sur une plaque jusqu'à dissolution complète des sels. Bien vérifier que la solution reste suffisamment acide pour éviter la précipitation de $Ti(OH)_4$. Seule la silice peut précipiter.
Filtrer dans un ballon jaugé de 250 ml, rincer le filtre plusieurs fois à l'eau distillée, laisser refroidir à température ambiante et mettre au trait.
Pipeter 10 ml des 250 ml dans un ballon jaugé de 100 ml.
Ajouter 10 ml d'H_2O_2 à 3 % en volume. Il y a formation d'ions complexes orangés Ti^{4+}/H_2O_2. La coloration doit rester stable.
Effectuer la mesure de l'absorbance à 410 nm, l'eau distillée (ou déminéralisée) sert de référence.

5. Calcul

Dosage titrimétrique

Le mode de calcul est conforme à la norme ASTM D 1394.

Dosage du TiO_2 par colorimétrie

Une courbe d'étalonnage est préalablement établie.

6. Expression des résultats

La teneur en TiO_2 est exprimée par rapport à l'extrait sec déterminé suivant la méthode CME 29.11.

29.09 MASSE VOLUMIQUE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 1871 Produits de marquage routier - Propriétés physiques
- prEN 12802 Produits de marquage routier - Méthodes de laboratoire et identification
- ISO 2811/1 1979 Peintures et vernis - Détermination de la masse volumique

1. But de l'essai

Déterminer la masse volumique du produit.

2. Principe de la méthode

On détermine la masse volumique au moyen d'un pycnomètre pour les peintures ou par pesée hydrostatique pour les produits thermoplastiques.

3. Appareillage

- Se conformer à la norme ISO 2811 pour les peintures
- Balance garantissant le dix millième de la masse à déterminer
- papier siliconé

4. Mode opératoire

Peintures

La masse volumique du produit est déterminée selon la norme ISO 2811/1 à une température de (23 ± 2)°C.
Pour les peintures comprenant des billes de verre de prémélange, la masse volumique est déterminée à (23 ± 2)°C au moyen d'une éprouvette graduée de 250 ml. Peser l'éprouvette graduée vide au centième de gramme près (M_1); remplir celle-ci avec 200 à 250 ml de produit à analyser. Noter le volume exact (V_t) de l'échantillon et peser immédiatement l'éprouvette (M_2) à 0,01 g près.

Produits thermoplastiques

On utilise une éprouvette avec support du type « papier traité au silicone » (CME 29.01).

La masse volumique est déterminée par pesée hydrostatique.

L'éprouvette refroidie est pesée au centième de gramme près (M_1) et conservée pendant au moins une heure dans le bain thermostatique à (25 ± 0,1)°C.
L'étrier (sans éprouvette) est suspendu à la balance et immergé complètement dans le bain d'eau; on équilibre ensuite la balance. La température de l'eau est maintenue à (25 ± 1)°C; cette température doit d'ailleurs être respectée également pour les

éprouvettes. L'éprouvette est disposée sur l'étrier en l'immergeant verticalement pour éviter le risque d'emprisonner des bulles d'air en dessous de celle-ci.
On évite aussi de créer des remous dans l'eau; ceux-ci occasionnent à la charge des oscillations qui sont lentes à s'amortir, retardant ainsi le moment de la lecture. La lecture de la masse se fait dès que l'amplitude des oscillations est tombée en dessous de 0,1 g.
On note la masse sous eau (M_2).

5. Calcul

- Pour les peintures, la masse volumique (ρ) est calculée suivant la formule :

$$\rho = \frac{M_2 - M_1}{V_t}$$

où :

M_1 = la masse en gramme à 0,01 g près du pycnomètre ou de l'éprouvette graduée vide.

M_2 = la masse en gramme à 0,01 g près du pycnomètre ou de l'éprouvette graduée et du produit à la température d'essai.

V_t = le volume, en millilitres, du pycnomètre, à la température d'essai ou le volume utilisé de peinture perlée.

- Pour les produits thermoplastiques, le calcul de la masse volumique (ρ) s'effectue suivant la formule suivante :

$$\rho = \gamma_{eau} \frac{M_1}{M_1 - M_2}$$

où :
γ_{eau} = masse volumique de l'eau à 25 °C (0,997044 g/cm³)

M_1 = masse de l'éprouvette

M_2 = masse de l'éprouvette dans l'eau

6. Expression des résultats

La masse volumique est la moyenne de deux déterminations, exprimée en kg/m³ avec deux décimales, arrondie au centième le plus proche.
La température d'essai est mentionnée au rapport.

29.10 TENEUR EN SOLVANT(S) AROMATIQUE(S)

Référence de base : Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Eliminer au maximum les solvants nocifs pour la santé.

2. Principe de la méthode

On identifie et on dose les solvants par chromatographie.

3. Appareillage

- agitateur (type Turbula)
- solvant pour chromatographie (acétone, dichlorométhane, ...)
- homogénéiseur à ultrasons
- agitateur horizontal
- filtre hermétique
- ballon jaugé de 20 ml ou 50 ml
- chromatographe

4. Mode opératoire

Note : Etant donné la volatilité des solvants et la mise en suspension des constituants de la peinture, des précautions doivent être prises lors de la manipulation préalable de l'échantillon, pour garantir la précision du résultat de l'analyse. Un pot de peinture, rempli au maximum, est réservé à cette détermination.

Au moment de l'analyse, le pot fermé est vigoureusement agité, durant au moins 15 minutes à l'aide d'un appareil spécialement adapté à cet effet (ex. : type Turbula), afin de disperser les constituants. L'agitation est poursuivie manuellement jusqu'à la pesée.

Un échantillon d'environ 1 g est prélevé et pesé exactement, à la balance au 0,0001 g, en milieu fermé, dans un ballon jaugé de petite contenance (20 ml ou 50 ml), par introduction à la pipette (l'embout doit être élargi afin de ne pas gêner le prélèvement des billes de verre) dans une partie du solvant de dilution afin de faciliter la dispersion.

Le solvant choisi (acétone, dichlorométhane, ...) est de qualité "pour chromatographie". La solution mère est amenée jusqu'au trait de jauge et correctement mélangée (ultrasons pour dispersion, mélangeur horizontal pour ballons pour homogénéisation, ...).

L'échantillon est finalement filtré à l'aide d'un système hermétique, adapté pour solvants organiques (ex. : type embout filtrant pour seringues). La solution doit ressortir parfaitement claire pour être injectée dans le chromatographe.

Une seconde dilution peut être nécessaire au départ de la solution mère, pour permettre l'enregistrement des pics caractéristiques des solvants aromatiques sans saturation et dans la gamme de concentrations requises par l'étalonnage. Cette dilution s'effectue dans des récipients de petite taille prévus à cet effet (jaugé, flacon pour chromatographie muni d'un bouchon protecteur type septum adapté pour solvants organiques, ...).

Détermination de la teneur par étalonnage:

L'étalonnage est effectué à l'aide d'une droite de calibrage, avec un mélange de solvants aromatiques identiques à ceux identifiés dans l'inconnu et introduits en quantité connue. Il est recommandé d'ajouter un standard interne (ex: trifluorotoluène) aux échantillons connus ainsi qu'à l'inconnu afin de permettre l'enregistrement des standards dans les mêmes conditions instrumentales que l'inconnu.

Les aires des pics caractéristiques des aromatiques (benzène, xylène o, m, p, éthyle benzène et toluène) du chromatogramme enregistré sont comparées aux valeurs données par l'étalonnage exprimées en µg/ml de solvant de dilution.

5. Calcul

Le facteur de dilution connu permet de remonter à la quantité de solvant aromatique dans l'échantillon de départ (cf. solution mère).

6. Expression des résultats

La masse de solvant étudié est directement exprimée en pourcentage en masse par rapport à la masse de peinture totale pesée au départ.

Le chromatogramme est joint au résultat. Les détails du calcul de la teneur sont fournis (facteur de dilution, étalonnage, masse de l'échantillon).

29.11 EXTRAIT SEC EN MASSE (PEINTURE)

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ISO 3251 (1993) Peinture et vernis - Détermination de l'extrait sec des peintures, des vernis et des liants pour peinture et vernis

1. But de l'essai

Déterminer le résidu solide d'une peinture.

2. Principe de la méthode

La partie volatile (solvants essentiellement) d'un échantillon de peinture est éliminée par passage à l'étuve.

3. Appareillage

- étuve ventilée capable de maintenir la température prescrite
- récipient d'environ 75 mm de diamètre
- baguette de verre d'environ 100 mm de longueur
- balance capable de peser au milligramme près
- dessiccateur

4. Mode opératoire

L'extrait sec en masse, mesuré suivant la méthode décrite dans la norme ISO 3251, mais à une température de 80 °C durant 2 heures.

5. Calcul

L'extrait sec (E.S.) est donné par rapport à la masse totale de la peinture humide. Il est calculé par la formule :

$$E.S=\frac{m_3-m_1}{m_2-m_1}.100\%$$

où :

m_1 = la tare du récipient vide

m_2 = la masse du récipient et de la prise d'échantillon humide

m_3 = la masse du récipient et de la prise d'essai après chauffage

6. Expression des résultats

L'extrait sec est la moyenne de deux déterminations, exprimée en dixième de % de la masse totale du produit.

29.12 DETERMINATION DU DELTA PERTE AU FEU

Référence de base : Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Déterminer la teneur conventionnelle en carbonate.

2. Principe de la méthode

On réalise une perte au feu à 450 °C pour éliminer les produits hydrocarbonés (résines, additifs, ...). Le résidu est ensuite pesé avant d'être porté à 950 °C pour décomposer les carbonates. La perte de masse est à nouveau mesurée.

3. Appareillage

- étuve ventilée capable de maintenir la température prescrite
- creusets
- balance analytique
- four permettant d'atteindre la température de 1000 °C

4. Mode opératoire

a) Tarage des creusets.

Les creusets sont placés pendant 15 minutes dans le four à (950 ± 25)°C et sont ensuite mis à refroidir dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante. Les creusets sont finalement pesés à 0,0001 g près (M_1).

b) Détermination de la perte au feu à 450 °C.

Trois prises d'essai de 2-3 g environ sont pesées à 0,0001 g près dans les creusets tarés (M_2).
Faire rouler le produit sur la paroi du creuset pour augmenter la surface d'évaporation et introduire les creusets dans l'étuve à 80 °C afin d'éliminer, sans perte, la phase solvant (temps de séchage : ± 1 heure).
Introduire ensuite les creusets dans le four chauffé à (450 ± 25)°C, pendant 2 heures, afin d'éliminer les composants organiques. Laisser ensuite refroidir les creusets dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante. Peser les creusets à 0,0001 g près (M_3).

c) Détermination de la perte au feu à 950 °C.

Les prises d'essai sont replacées pendant 2 heures dans le four à (950 ± 25)°C dans le but de provoquer la décomposition des carbonates.
Laisser ensuite refroidir les creusets dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante (temps nécessaire : ± 1h30). Peser, rapidement pour éviter l'hydratation, les creusets à 0,0001 g près (M_4).

5. Calcul

La perte au feu complète, après traitement à 950 °C, P_2, exprimée en pour cent à 0,1 % près, est donnée par la formule :

$$P_2 = \frac{M_2 - M_4}{M_2 - M_1} \cdot 100$$

où :

M_1 = tare du creuset, exprimée en grammes à 0,0001 g près;

M_2 = masse du creuset contenant la prise de départ;

M_4 = masse du creuset, après traitement à 950 °C.

La perte au feu après traitement à 450 °C, P_1, exprimée en pour cent à 0,1 % près, est donnée par la formule :

$$P_1 = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \cdot 100$$

où :

M_1 = tare du creuset, exprimée en grammes à 0,0001 g près;

M_2 = masse du creuset contenant la prise de départ;

M_3 = masse du creuset après calcination à 450 °C.

Le résultat de chaque essai est la moyenne arithmétique, exprimée avec une décimale, de trois déterminations dont les résultats ne s'écartent pas de plus de 0,5 % absolu de la moyenne.

6. Expression des résultats

Les résultats des trois prises d'essai ainsi que leur moyenne sont indiqués dans le rapport.

La différence (P_2 - P_1) de perte au feu est exprimée en pour cent à 0,1 % près

29.13 MASSE SURFACIQUE

Référence de base **:** Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Déterminer la masse par unité de surface du produit et vérifier sa conformité au certificat d'origine émanant du fabricant.

2. Principe de la méthode

On découpe une bande de produit. On calcule la surface puis on pèse l'échantillon.

3. Appareillage

- balance capable de peser au centième de gramme
- mètre ou règle gradué en millimètres
- outil pour découpe

4. Mode opératoire

Une bande de 1 m de long environ est découpée dans un conditionnement. L'échantillon ainsi constitué est mesuré au millimètre près pour déterminer sa surface (S). L'échantillon est ensuite pesé au centième de gramme près (M).

Note : Pour les produits présentant un relief (barrettes, ...) prévoir un échantillon dont le nombre de pas soit un multiple exact du nombre de barrettes.

5. Calcul

La masse surfacique (MS) est déterminée suivant la formule suivante :

$$MS = \frac{M}{S}$$

où :

M = la masse de l'échantillon en gramme à 0,01g près
S = la surface de cet échantillon en cm²

6. Expression des résultats

Le résultat est donné en kg/m² avec deux chiffres après la virgule.

29.14 TENEUR EN CENDRES

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ISO 247 (1990) Caoutchouc - Détermination du taux de cendres

1. But de l'essai

Vérifier la conformité du matériau par rapport au certificat d'origine transmis par le fournisseur.

2. Principe de la méthode

On réalise une perte au feu à 550 °C.

3. Appareillage

- creusets
- étuve pouvant atteindre les températures prescrites
- four pouvant atteindre (1000 $\pm$ 50) °C
- balance analytique pouvant peser au 0,0001 g près
- cutter

4. Mode opératoire

La teneur en cendres est déterminée suivant la méthode A de la norme ISO 247 à une température de (550 ± 25)°C sauf si le demandeur précise que l'essai doit se faire à (950 ± 25)°C ou suivant la méthode B.

5. Calcul

La teneur en cendres est calculée suivant la formule :

$$\frac{M_2 - M_1}{M_0} . 100$$

où :
M_0 = la masse, en grammes au mg près, de l'échantillon

M_1 = la masse, en grammes au mg près, du creuset vide

M_2 = la masse, en grammes au mg près, du creuset et des cendres

6. Expression des résultats

Le résultat est exprimé en % (au dixième près) de la masse totale de l'échantillon.
Le rapport précise la méthode utilisée.

29.15 ESSAI DE SECHAGE (PEINTURE)

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ASTM D 711 - 89 (1994) Standart Test Method for No-Pick-Up Time of Traffic Point

1. But de l'essai

Déterminer le temps de séchage d'une peinture.

2. Principe de la méthode

On applique la peinture sur un support. Après 25 minutes, on fait passer une roue sur l'échantillon et la peinture ne peut adhérer à la roue.

3. Appareillage

Se conformer à la norme ASTM D 711 – 89.

4. Mode opératoire

Sur plaque de verre (29.01).

L'appareil utilisé pour cet essai est celui décrit dans la norme ASTM D.711 - 89.

5. Expression des résultats

L'essai est réussi si, après 25 minutes, le produit n'adhère pas à la roue.
Le rapport mentionne si le test est réussi.

29.16 ESSAI DE DURETE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ISO 1518 - 92 Peintures et vernis - Essai de rayure

1. But de l'essai

Déterminer la résistance d'un film de peinture à la pénétration d'une pointe par rayure. Le film peut être un revêtement unique ou un système multicouche.

2. Principe de la méthode

Le film de peinture est soumis à un test de rayage par une pointe de 1 mm.

3. Appareillage

– Appareil Clemen

4. Mode opératoire

Sur plaque de fibrociment (29.01).

Pour chaque échantillon, on procède à trois essais partiels, 1 jour, 7 jours et 14 jours après l'application.
Les essais partiels sont effectués pour différentes charges en fonction du temps de séchage.

Temps de séchage (jours)	Masse totale de l'équipage (g)
1	1000
7	1700
14	2000

Un essai partiel consiste à soumettre le film de peinture à l'épreuve de l'appareil Clemen dont l'extrémité du stylet est munie de l'outil à pointe de diamètre 1 mm. Avant le déplacement du chariot, la pointe avec la charge adéquate est mise avec précaution en contact avec la surface de la peinture. Le manipulateur tire le chariot de l'appareil vers lui à la vitesse de (3 ± 1) cm/seconde.

5. Expression des résultats

L'essai est réussi si, pour chacun des trois essais partiels à 1 jour, 7 jours et 14 jours, le support du produit n'a pas été mis à nu sur toute la longueur du parcours de la pointe pour au moins deux essais (des mises à nu locales sont tolérées).
Le rapport mentionne si le test est réussi et les diverses constatations pour les trois essais partiels.

29.17 ESSAI D'ADHERENCE DU FILM AU SUPPORT

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ISO 2409 - 1992 Peinture et vernis - Essai quadrillage

1. But de l'essai

Examiner l'adhérence du produit au support.

2. Principe de la méthode

On pratique un quadrillage sur un film de peinture et on examine si les petits carrés ainsi formés adhèrent au support.

3. Appareillage

- cutter courant avec lame fragmentable d'une largeur de 9 mm et 0,4 mm d'épaisseur
- pendule SRT (CME 56.01)

4. Mode opératoire

Sur plaque de verre (29.01).

Après 7 jours de séchage du produit, il est procédé au traçage à la règle, à l'aide d'un couteau défini ci-après, et à la vitesse de 3 cm/s, de 11 traits parallèles de 5 cm de longueur environ perçant le film du produit jusqu'au support de verre et distants entre eux de $3 \pm 0{,}3$ mm.

Un quadrillage est formé ensuite en traçant 11 autres traits identiques, perpendiculaires aux premiers.

On s'assure que chaque trait perce le produit jusqu'au support en observant l'éprouvette par transparence. On veille à ne pas entailler le verre lors du traçage des traits.

On réalise trois quadrillages sur chaque échantillon.

La lame est cassée après chaque quadrillage. L'angle de coupe de la lame est compris entre 20° et 25°.

Afin d'éliminer tout carré non adhérent, l'éprouvette est soumise à l'appareil décrit à l'essai de rugosité, après humidification de l'éprouvette et du frotteur au moyen d'eau distillée. L'éprouvette est placée de telle façon que tout le quadrillage se trouve sur le trajet du frotteur en caoutchouc.

En entamant le quadrillage par chacun de ses côtés, on effectue 3 passages par côté, soit 12 passages en tout.

5. Calcul

On dénombre le nombre de carrés formés entre les traits qui se sont détachés entièrement pour trois essais.

6. Expression des résultats

Le résultat est la moyenne de deux résultats les plus petits. Il est exprimé en pour cent, arrondi à l'unité la plus proche.

29.18 ESSAI DE RESISTANCE A L'ABRASION

Référence de base : Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Etudier la résistance à l'usure du marquage.

2. Principe de la méthode

On laisse tomber une quantité de sable, d'une hauteur déterminée, sur une éprouvette jusqu'à la mise à nu de support.

3. Appareillage

- La fraction 0,5 - 1 mm du sable NBN EN 196-1 qui est remplacée après 10 chutes
- une trémie conique dont l'angle d'ouverture est compris entre 100° et 110° (voir fig. 29.18/1) munie d'un pertuis de 8 mm de diamètre intérieur et de 20 mm de hauteur
- une chemise concentrique de 80 mm de diamètre qui se termine à 10 cm du point d'impact du sable.
- support incliné à 45° destiné à recevoir l'éprouvette et placé sous la trémie de façon que la distance entre le point d'impact du sable et la sortie du pertuis soit égale à 130 cm
- protection éventuelle pour éviter tout courant d'air autour de l'appareil

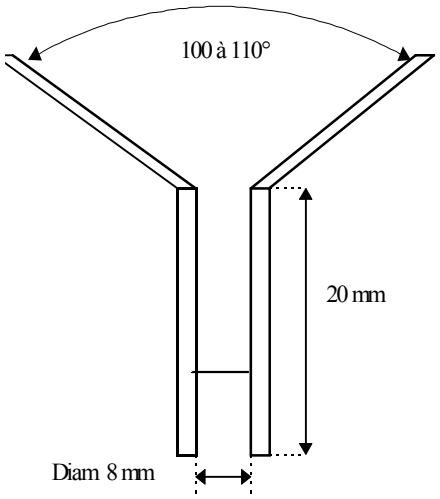

Fig. 29.18/1

4. Mode opératoire

Sur plaque de verre (29.01).

Sept jours après l'application du produit, chacune des trois éprouvettes, inclinée à 45°, est soumise à l'essai d'usure au moyen du sable normalisé.

La trémie est chargée par tranche de 10 kg de sable qui coule librement sur l'éprouvette d'une hauteur de 130 cm. Après chaque fraction de 10 kg, l'éprouvette est examinée, par transparence, à la lumière afin de détecter une mise à nu du support.

L'essai est poursuivi jusqu'à mise à nu du support, avec un maximum de 100 kg.

5. Expression des résultats

Le rapport mentionne la quantité de sable nécessaire à la mise à nu du support pour chaque lot de 3 éprouvettes.

Le résultat est la moyenne des deux résultats les plus favorables. Le temps de chute pour une tranche de chargement de 10 kg est également reprise au rapport.

Le rapport d'essai mentionne le dosage de l'éprouvette en g/m^2 de peinture sèche.

29.19 ESSAI DE VIEILLISSEMENT ACCELERE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 1871 Produits de marquage routier - Propriétés physiques
- EN 1436 Produits de marquage routier - Performances des marques appliquées sur la route

1. But de l'essai

Vérifier la résistance aux rayons UV, à l'humidité et aux basses températures du marquage par peinture.

2. Principe de la méthode

On soumet l'éprouvette aux rayons d'une lampe ultraviolette. Le film de peinture ne peut subir aucune altération.

3. Appareillage

- lampe ultraviolette de 125W avec longueur d'onde de 357 nanomètres et une intensité à 1 m du centre de la lampe de 150mW/m²
- eau distillée
- réfrigérateur capable de maintenir une température de (-18 ± 2) °C
- enceinte climatisée capable de maintenir une température de (55 ± 2) °C

4. Mode opératoire

Sur plaque de verre (29.01).

Entre 7 et 10 jours après l'application, l'éprouvette est placée dans l'enceinte climatisée à 20 cm de la lampe et soumise au cycle suivant:

- 8 heures d'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante (environ 22 °C);
- 16 heures d'exposition aux rayons d'une lampe ultraviolette;
- 8 heures dans un réfrigérateur à (-18 ± 2) °C;
- 16 heures de repos à la température ambiante;
- 8 heures d'exposition aux rayons d'une lampe ultraviolette;
- 16 heures d'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante;
- 8 heures dans un réfrigérateur à (-18 ± 2) °C;
- 8 heures de repos à la température ambiante.

Un second cycle identique est effectué.

5. Expression des résultats

L'éprouvette est examinée afin d'y déceler des défauts : fissures, décollements du support, changement de couleur,...

Le rapport mentionne si le film de peinture a subi ou non des attaques ainsi que leur type éventuellement.

29.20 ESSAI DE STABILITE SUR REVETEMENT BITUMINEUX

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 1871 Produits de marquage routier - Propriétés physiques
- EN 1436 Produits de marquage routier - Performances des marques appliquées sur la route

1. But de l'essai

S'assurer que le solvant ou le produit ne dissout pas le bitume.

2. Principe de la méthode

On applique le produit sur un support bitumé et on mesure la blancheur du produit après 1 et 7 jours.

3. Appareillage

– spectromètre (EN 1436).

4. Mode opératoire

Sur plaque de fibrociment bitumée (CME 29.01).

On procède à l'observation des éprouvettes 1 jour et 7 jours après l'application du produit.

De plus, la teinte, mesurée par le facteur de luminance ß tel que défini au 29.02 doit être supérieure respectivement à 95 % (après 1 jour) et 90 % (après 7 jours) de celle mesurée sur une éprouvette témoin. L'éprouvette témoin est obtenue avec le même produit appliqué sur un support en verre et elle est conservée dans les mêmes conditions que l'éprouvette d'essai (température, humidité et lumière).

5. Calculs

$$T_1 = \frac{\beta_1}{\beta_0} \cdot 100 \text{ et } T_2 = \frac{\beta_2}{\beta_0} \cdot 100$$

où :

β_0 = facteur de luminance de l'éprouvette témoin

β_1 = facteur de luminance de l'éprouvette d'essai après 1 jour

β_2 = facteur de luminance de l'éprouvette d'essai après 7 jours

6. Expression des résultats

Le rapport reprend les facteurs β obtenus après 1 et 7 jours et les taux respectifs par rapport à l'échantillon témoin.
Il mentionne également tout aspect anormal du produit (crocodillage, fissuration, retrait, ...).

29.21 ESSAI DE RESISTANCE AUX PRODUITS DE DEVERGLAÇAGE

Référence de base : Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Déterminer la résistance du marquage aux sels de déneigement.

2. Principe de la méthode

On soumet le produit à une solution de chlorures et on examine ensuite les éprouvettes.

3. Appareillage

- solution à 5 % de chlorure de sodium + 5 % de chlorure de calcium déshydraté dans de l'eau distillée
- récipient pouvant contenir les éprouvettes
- suivant le cas : pendule SRT
  spectromètre

4. Mode opératoire

Peinture

Sur plaque de verre (CME 29.01).
On prépare trois éprouvettes comme défini dans l'essai d'adhérence du film au support (CME 29.17).

Le quadrillage est réalisé avant immersion. Ensuite, l'éprouvette est immergée pendant 24 heures dans une solution de 5 % de chlorure de sodium + 5 % de chlorure de calcium déshydraté, dans l'eau distillée, à la température ambiante de (23 ± 2) °C.

Cette immersion est suivie d'un rinçage à l'eau distillée.
Deux jours après la fin de la période d'immersion, on vérifie l'adhérence au support du film en utilisant le pendule SRT comme décrit au CME 29.22.

Produits thermoplastiques - Type G2

On détermine le facteur de luminance ß selon la méthode CME 29.02 vingt-quatre heures après l'application du produit sur une plaque en aluminium (CME 29.01).

L'éprouvette est ensuite plongée pendant 120 heures dans une solution à 5 % de chlorure de sodium et 5 % de chlorure de calcium dans l'eau distillée, à une température de (23 ± 2) °C.
L'éprouvette est ensuite rincée à l'eau distillée. Après séchage, l'éprouvette ne peut présenter ni fissure, ni ampoule, ni dégradation.

Le facteur de luminance β est mesuré à nouveau selon la méthode CME 29.02.

5. Calcul

Peinture

On dénombre la quantité de petits carrés qui se sont entièrement détachés.

Produits thermoplastiques - Type G2

On calcule l'écart entre les β obtenus avant et après essai.

6. Expression des résultats

Peinture

Le résultat est la moyenne des deux résultats les plus favorables.

Produits thermoplastiques - Type G2

Les facteurs de luminance β obtenus avant et après essai ainsi que leur écart sont mentionnés au rapport.

29.22 ESSAI DE RUGOSITE (ADHERENCE SRT)

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- EN 1436 Produits de marquage routier - Performances des marques appliquées sur la route

1. But de l'essai

Eviter les produits trop glissants.

2. Principe de la méthode

Les éprouvettes sont soumises au pendule SRT.

3. Appareillage

– l'appareil utilisé pour cet essai est celui mis au point par le "Transport and Road Research Laboratory" et décrit dans la "Road Note nr 27".
– eau distillée

4. Mode opératoire

Sur plaque de verre (29.01).

L'essai est réalisé après 7 jours de séchage du produit.

L'essai est réalisé après mouillage de l'éprouvette et du frotteur en caoutchouc par de l'eau distillée à la température de (23 ± 2) °C. On mouille la surface à tester avant chaque nouvelle mesure.

5. Calcul

L'unité de mesure est le SRT.

6. Expression des résultats

La valeur est la moyenne de 5 mesures successives si celles-ci ne diffèrent pas de plus de 3 unités. Dans le cas contraire, on effectue une nouvelle série de mesures jusqu'à obtention de 3 mesures successives identiques. Cette valeur est mentionnée au rapport.

29.23 ESSAI D'ELASTICITE (PEINTURE)

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ISO 1519 - 1973 Peintures et vernis - Essai de pliage sur mandrin cylindrique

1. But de l'essai

Déterminer la souplesse du produit.

2. Principe de la méthode

On réchauffe le produit et ensuite on plie le film de peinture autour d'un mandrin de 3 mm.

3. Appareillage

- mandrin de 3 mm.
- papier siliconé

4. Mode opératoire

Sur un papier traité au silicone (29.01).

Après une période de séchage d'au moins 14 jours, on enlève le papier siliconé de sorte que seul le film du produit de marquage subsiste. Ce film doit être découpé en 3 morceaux de 6 cm x 11 cm. Ces 3 morceaux de film doivent subir tour à tour le test suivant effectué à deux endroits différents de l'échantillon.

Pendant une durée d'environ 15 secondes, on réchauffe un morceau de film entre les paumes de la main; on le plie ensuite jusqu'à 180° autour d'un mandrin d'un diamètre de 3 mm en prenant garde à ce que les deux bords soient parallèles.

L'épaisseur du film sec est mesurée et doit figurer au rapport.

Vitesse de l'essai à vérifier.

5. Expression des résultats

Le rapport mentionne s'il n'y a pas rupture totale du film.

29.24 STABILITE DE LA COULEUR A HAUTE TEMPERATURE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 1871 Produits de marquage routier - Propriétés physiques (annexe G).

1. But de l'essai

Déterminer la stabilité du produit de marquage face aux traitements thermiques.

2. Principe de la méthode

Le produit de marquage est porté à haute température. La variation du facteur de luminance β est ensuite mesurée.

3. Appareillage

- étuve pouvant atteindre et maintenir la température prescrite (environ 250 °C)
- voir méthode CME 29.02

4. Mode opératoire

Sur plaque en aluminium (CME 29.01).

Avant réchauffement, on détermine le facteur de luminance β selon la méthode CME 29.02.

On chauffe ensuite l'éprouvette jusqu'à une température de 15°C plus élevée que la température d'application définie par le fabricant et on l'y maintient durant 15 minutes.

Après le refroidissement de l'éprouvette, on détermine à nouveau le facteur de luminance β.

5. Calcul

On calcule l'écart entre les facteurs de luminance β avant et après traitement thermique

6. Expression des résultats

La valeur de l'écart est arrondie à la troisième décimale.
Le rapport mentionne les valeurs de β avant et après le traitement thermique

29.25 ESSAI DE RESISTANCE AU VIEILLISSEMENT ACCELERE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- G 53-91 Standard Practice for Operating Light and Water - Exposure Apparatus (Fluorescent UV -Condensation Type) for Exposure of Nonmetallic Materials

1. But de l'essai

Déterminer la résistance du produit de marquage aux rayons UV.

2. Principe de la méthode

Un échantillon est soumis aux rayons UV d'une lampe normalisée pendant un laps de temps déterminé. On détermine ensuite la variation du facteur de luminance β.

3. Appareillage

- selon ASTM G 53 - 91
- eau distillée ou déminéralisée
- voir aussi méthode CME 29.02

4. Mode opératoire

Peintures

Sur plaque de verre (CME 29.01).

Entre 7 et 10 jours après l'application, l'éprouvette est soumise au cycle suivant:

- 8 heures d'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante (environ 22 °C);
- 16 heures d'exposition aux rayons d'une lampe ultraviolette;
- 8 heures dans un réfrigérateur à (-18 ± 2) °C;
- 16 heures de repos à la température ambiante;
- 8 heures d'exposition aux rayons d'une lampe ultraviolette;
- 16 heures d'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante;
- 8 heures dans un réfrigérateur à (-18 °C ± 2) °C;
- 8 heures de repos à la température ambiante;

Un second cycle identique est effectué.

La lampe ultraviolette utilisée est une lampe de 125 W de longueur d'onde égale à 357 nanomètres. L'intensité à 1 m au centre de la lampe est de 150 mW/m^2.
Cette lampe est placée à 20 cm de l'éprouvette dans une enceinte munie d'une régulation de température de façon à maintenir celle-ci à (55 ± 2) °C.

Autres Produits

Sur plaque en aluminium (29.01).

Avant de soumettre l'échantillon aux rayons UV, on détermine le facteur de luminance selon la méthode 29.02. L'échantillon est ensuite soumis aux rayons UV d'une lampe normalisée pendant 480 heures selon la norme ASTM G 53. Elle est ensuite plongée pendant une heure dans l'eau distillée à (23 ± 2) °C.

On détermine à nouveau le facteur de luminance de l'échantillon soumis aux rayons UV après 24 heures de repos.

5. Calcul

Peintures

Autres produits

L'écart entre les deux valeurs du facteur de luminance est calculé.

6. Expression des résultats

Peintures

Le film ne peut présenter aucune attaque, ni fissure, ni décollement du support.

Autres produits

La valeur de l'écart est arrondie à la troisième décimale.
Le rapport mentionne si à la sortie de l'eau, l'éprouvette ne présente ni décollement, ni ampoule, ou autres dégradations.

29.26 RAMOLLISSEMENT

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 1871 Produits de marquage routier - Propriétés physiques

1. But de l'essai

Déterminer la dureté et la susceptibilité thermique du produit de marquage.

2. Principe de la méthode

On mesure la température pour laquelle une bille métallique calibrée, posée sur le produit de marquage coulé dans un anneau, atteint la base de l'appareil.

3. Appareillage

- anneaux de Wilhelmi conformes à la norme prEN 1871
- billes d'acier pesant (13,9 ± 0,1) g (billes de 15 mm de diamètre)
- bécher approprié à l'appareil
- thermomètre gradué de + 30 °C à 200 °C par division de 0,5 °C
- plaque de base en métal ou en verre
- agent démoulant (mélange de glycérine et de dextrine à 1:1 par ex.)
- guide de centrage de la bille
- liquides pour le test : eau fraîchement bouillie ou glycérine
- couteau, étuve

4. Mode opératoire

On procède selon l'annexe F de la prEN 1871.

5. Expression des résultats

Le résultat est la moyenne, arrondie au °C le plus proche, de deux mesures qui ne s'écartent pas de plus de 2 °C.

29.27 RESISTANCE A BASSE TEMPERATURE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- prEN 1871 Produits de marquage routier - Propriétés physiques

1. But de l'essai

Prévoir la susceptibilité du produit de marquage au gel.

2. Principe de la méthode

Des éprouvettes refroidies à 0 °C sont soumises au choc d'une bille d'acier tombant d'une hauteur déterminée. On examine ensuite si les éprouvettes se sont brisées.

3. Appareillage

- appareil chauffant approprié
- mélangeur
- moules de 50 mm de diamètre intérieur et d'une hauteur de 25 mm
- billes d'acier d'un diamètre de 25,4 mm d'une masse de (66,8 ± 0,2) g
- électroaimant
- lame métallique, graisse, support, plaque de base, glace, papier siliconé

4. Mode opératoire

Réchauffer tout en remuant la masse du produit thermoplastique jusqu'au moment où celui-ci peut être coulé. Verser la masse dans les moules préalablement graissés. Ces moules sont conçus de telle façon que le démoulage puisse se faire sans l'emploi d'un outil quelconque susceptible d'endommager les parois de l'éprouvette. Les éprouvettes sont refroidies jusqu'à la température ambiante. Les faces supérieures sont raclées au moyen d'une lame métallique réchauffée.

On retire les éprouvettes des moules et on les conserve pendant 3 heures dans de la glace fondante.

A l'aide d'un électroaimant, on laisse tomber d'une hauteur de 2 m une bille d'acier sur l'éprouvette (la hauteur de chute étant mesurée entre le point inférieur de la bille et la surface supérieure de l'éprouvette). La face raclée est placée vers le bas.

5. Contrôle

On vérifie si l'éprouvette ne présente pas de fissures ou de cassures. La présence de fissures invisibles est contrôlée en tentant de briser l'éprouvette à la main.

Dix éprouvettes sont soumises à l’essai.

6. Expression des résultats

Le rapport mentionne le nombre d’éprouvettes qui se sont brisées.

29.28 RESISTANCE A L'USURE

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- ASTM D 4060 - 95 Standard Test Method for Abrasion Resistance of Organique Coatings by the Taber Abraser.

1. But de l'essai

Déterminer la résistance à l'usure du produit de marquage.

2. Principe de la méthode

Un échantillon est soumis à l'abrasion au moyen d'une meule standardisée. On calcule ensuite la perte de masse.

3. Appareillage

- appareil Taber Abraser (ASTM D 4060 - 95)
- plateaux
- lame métallique
- balance capable de peser au milligramme près

4. Mode opératoire

La résistance à l'usure est mesurée à l'aide de l'appareil "Taber Abraser model 503" standard en utilisant des meules calibrées H-22 selon l'ASTM D 4060 - 84.

On réchauffe une certaine quantité de masse thermoplastique. La masse est versée en une épaisseur de 3 mm à l'aide d'une lame réchauffée sur un plateau pouvant être intégré dans l'appareil.

La surface uniforme obtenue est soumise après 24 heures à l'essai décrit dans le mode d'emploi du "Taber Abraser". La charge est de 500 g par roue. La plaque est pesée avant et après l'essai avec une précision de 1 mg.

5. Calcul

La perte de masse entre 200 et 400 révolutions est calculée.

6. Expression des résultats

La perte de masse est donnée en mg.

29.29 ADHERENCE DES PRODUITS PREFORMES COLLES

Références de base :
- Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007
- Norme NBN B15-211 Essais des bétons - Traction directe

1. But de l'essai

Déterminer la résistance à l'arrachement d'un préformé collé.

2. Principe de la méthode

On soumet une pastille du produit collé au test de traction suivant une vitesse standardisée.

3. Appareillage

– se conformer à la norme NBN B15-211.

4. Mode opératoire

Ce test n'est applicable comme tel qu'aux marquages adhésifs permanents qui ne sont pas appliqués par la méthode d'incrustation.

Sur plaque de fibrociment bitumée (29.01).
On applique le primaire spécifié par le fabricant. La température de l'essai est de (23 ± 2) °C.
L'essai est réalisé selon la norme NBN B15-211, à la vitesse de 2 mm/min, après collage de pastilles 10 cm x 10 cm de part et d'autre du système.

5. Calcul

L'adhérence est calculée suivant la formule :

$$\frac{F}{S}$$

où:

F = la force nécessaire à l'arrachement (N)
S = la surface de l'échantillon (mm²)

6. Expression des résultats

Le rapport mentionne la valeur de l'adhérence au millième de newton par mm².
Le rapport spécifie à quelle interface a lieu le décollement.

29.30 ESSAI DE REACTIVITE

Référence de base : Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Vérifier que les deux composants du produit de marquage réagissent correctement.

2. Principe de la méthode

On mélange les deux produits dans les proportions prescrites par le fournisseur. Le mélange est appliqué sur un papier siliconé et on vérifie le durcissement du produit.

3. Appareillage

- filmographe
- boîte à saupoudrer
- papier traité au silicone

4. Mode opératoire

Sur papier traité au silicone (CME 29.01).

L'enduit est appliqué au filmographe sur le papier siliconé dans des proportions fournies par le fabricant. La quantité de billes de verre traitées nécessaire est ensuite saupoudrée à l'aide de la boîte à saupoudrer. Après 25 minutes, on doit pouvoir séparer le film d'enduit du papier siliconé. On vérifie que le durcissement s'est fait sur toute l'épaisseur du film.

5. Expression des résultats

Le rapport mentionne, si dans les conditions prescrites par le fournisseur, le film peut être séparé du papier siliconé endéans les 25 minutes et si le produit a durci sur toute l'épaisseur du film.

29.31 ESSAI DE BONNE TENUE AU STOCKAGE

Référence de base : Circulaire CT 96 (02) D.112 - TRC 007

1. But de l'essai

Vérifier que la peinture reste applicable après un stockage prolongé.

2. Principe de la méthode

L'essai de pistolabilité est réalisé après remise en suspension des dépôts.

3. Appareillage

- spatule
- voir méthode 29.02

4. Mode opératoire

Les boîtes contenant l'échantillon sont stockées dans un local où la température ambiante ne subit que de faibles variations.
Après un stockage d'un an maximum, une de ces boîtes peut être envoyée au laboratoire, l'autre sert à un éventuel contre-essai.
Le produit doit être facilement homogénéisé par simple agitation au moyen d'une spatule.

Peinture type A1

Après remise en suspension, on procède à un essai de pistolabilité avec un ajout maximum de 5 % de diluant sans aromatiques désigné par le fournisseur.

Peinture type A2

Après remise en suspension, on procède à un essai de viscosité avec un ajout maximum de 2 % de diluant sans aromatiques désigné par le fournisseur.

5. Expression des résultats

Le rapport mentionne si, dans les conditions prescrites, le test de pistolabilité est réussi ou non. Dans le cas des peintures type A2, le rapport mentionne la valeur de la viscosité.

6. Résultat d’essai

Le résultat d’essai est la valeur de mesure de l’empreinte majorée d'un facteur d’étalonnage et arrondie à 0,5 mm. Le facteur d’étalonnage est la différence arithmétique entre 20,0 et la valeur d’étalonnage déterminée au 6.4.

Exemple:

Si la valeur d'étalonnage est de 19,6 et la mesure de l'empreinte de 22,5 mm le résultat d’essai est 22,5+(20,0-19,6) = 22,9 mm , ce qui est arrondi à 23,0 mm.

7. Rapport d’essais

Mentionner dans le rapport d’essais :

- la référence à la présente note;
- la date d'essai;
- l'âge de l'éprouvette;
- le facteur d'étalonnage arrondi à 0,1 mm;
- les résultats d'essais arrondis, à 0,5 mm.