



vzw COPRO asbl



- **Dit pdf bestand bevat alle beschikbare talen van het opgevraagde document**
- **Ce fichier pdf reprend toutes langues disponibles du document demandé**
- **This pdf file contains all available languages of the requested document**
- **Dieses PDF-Dokument enthält alle vorhandenen Sprachen des angefragten Dokumentes**





COPRO vzw Onpartijdige Instelling voor de Controle van Bouwproducten

Z.1 Researchpark - Kranenberg 190 -1731 Zellik

☎ 02 468 00 95

info@copro.eu

BTW BE 0424.377.275

📠 02 469 10 19

www.copro.eu

KBC 426-4079801-56

TECHNISCHE VOORSCHRIFTEN	PTV	881
	Versie 4.0	13-09-2012

**NASTROOIMATERIAAL:
GLASPARELS, STROEFMAKENDE MIDDELEN
EN MENGSELS VAN BEIDE**

0. Inhoud

1. Inleiding	3
2. Toepassingsgebied	3
3. Normatieve referenties	3
4. Definities	3
4.1. Glasparels	3
4.2. Stroefmakende middelen	3
4.3. Glaskorrels	3
5. Eisen voor de producten volgens NBN EN 1423	3
6. Bijkomende eisen voor de producten	4
6.1. Glasparels	4
6.2. Transparante stroefmakende middelen	5
6.3. Niet-transparante stroefmakende middelen	6
6.4. Mengsels van glasparels en stroefmakende middelen	6
7. Omschrijving van de proeven	6
7.1. Aanwezigheid van de oppervlaktebehandeling	6

1. Inleiding

Door de publicatie van de geharmoniseerde Europese norm NBN EN 1423:2012 was een herziening van PTV 881:3.0 noodzakelijk. De belangrijkste wijzigingen zijn de voorschriften betreffende het gehalte aan gevaarlijke stoffen.

Verder zijn enkele proefmethodes die werden beschreven in de vorige versie van PTV 881 nu opgenomen in de norm NBN EN 1423:2012.

Dit document werd opgesteld en goedgekeurd door de Adviesraad "Wegmarkeringsproducten" van COPRO.

2. Toepassingsgebied

Dit normatief document heeft als doel de specificaties, de aanvullende conformiteitscriteria en de overeenkomstige testmethodes van de nastrooimaterialen, die niet in de artikels van de Europese norm NBN EN 1423:2012 worden beschreven, te bepalen en vast te leggen.

Nota: Alle gespecificeerde eigenschappen in deze norm zijn niet van toepassing voor de CE-markering.

Dit document behandelt niet de premix glasparels, omschreven in NBN EN 1424.

3. Normatieve referenties

(Welke niet zijn opgenomen in de NBN EN 1423:2012)

NBN EN 1423:2012	Wegmarkeringsmaterialen – Nastrooimateriaal – Glasparels, stroefmakende middelen en mengsels van beide.
NBN EN 1436 + A1	Wegmarkeringsmateriaal – Eisen gesteld aan de wegmarkering ten behoeve van de weggebruiker.
G0025	Markeringsystemen – Homologatiewerf op de weg.

4. Definities

4.1. Glasparels

Zie NBN EN 1423.

4.2. Stroefmakende middelen

Zie NBN EN 1423.

4.3. Glaskorrels

Hoekige glaspartikels bestemd als stroefmakende middelen.

5. Eisen voor de producten volgens NBN EN 1423

De eisen worden vermeld in de norm NBN EN 1423.

6. Bijkomende eisen voor de producten

6.1. Glasparels

6.1.1. Oppervlaktebehandeling van de glasparels (Artikel 4.1.1 van NBN EN 1423)

6.1.1.1. Klassen van oppervlaktebehandeling

Aangewezen oppervlaktebehandelingen op glasparels zijn mogelijk.

Men onderscheidt volgende klassen:

- geen oppervlaktebehandeling,
- waterafstotendheid,
- drijvend vermogen,
- verbetering van hechtingsvermogen,
- omhulling door polymerisatie-initiatoren,
- andere behandelingen die een verbetering beogen van de performantie van de markeringen zoals bepaald in de norm NBN EN 1436.

De aanwezigheid van de oppervlaktebehandeling wordt beproefd zoals opgenomen in artikel 7 van deze PTV.

6.1.1.2. Toepassingsgebied

De behandelingen (inzake het drijvend vermogen, de verbetering van het hechtingsvermogen, de omhulling door de polymerisatie-initiatoren of de andere behandelingen) zijn gerelateerd aan de aard van de markeringsproducten in die zin dat ze aangepast zijn aan de formulering van elke producent. Hun doeltreffendheid kan dus enkel worden gevaloriseerd door een "systeem"-goedkeuring die zowel slaat op het markeringsproduct als op de glasparels.

De producent van de parels kan evenwel bepaalde generieke behandelingen voorstellen, aangepast aan bepaalde categorieën van markeringsproducten, tegelijkertijd bepaald door het type (verf, koudplaten, thermoplasten, voorgevormde wegmarkering) en de klasse van bind- en/of oplosmiddelen.

De proeven die uitgevoerd worden op glasparels die zich van elkaar onderscheiden door de oppervlaktebehandeling, kunnen slaan op:

- ofwel, heel eenvoudig, de aanwezigheid van een oppervlaktebehandeling; geen enkele garantie wordt gegeven op het vlak van de doeltreffendheid; dit is gewoonlijk het geval bij de generieke behandelingen;
- ofwel, de doeltreffendheid: de doeltreffendheid van generieke behandelingen kan in voorkomend geval worden geëvalueerd door de meting van de performanties via de goedkeuringsleidraad G0025.

6.1.1.3. Criteria

Waterafstotendheid

Alle glasparels moeten zonder onderbreking door de trechtermond vloeien.

Drijvend vermogen

Indien deze eigenschap wordt vooropgesteld, dient het type vloeibare fase, waarvoor deze eigenschap geldt, gemeld te worden.

- Behandeling voor organische oplosmiddelen:
Het percentage drijvende glasparels, visueel beoordeeld, bedraagt minimum:
 - op xyleen: 90 %;
 - op n - heptaan: 75 %;
 - op tetrachloroethyleen: 75 %.
- Behandeling voor waterige oplosmiddelen:
Het percentage drijvende glasparels, visueel beoordeeld, bedraagt minimum 75 %.

Behandeling van het hechtingsvermogen

Eisen nog te definiëren.

Omhuiling met polymerisatie-initiatoren

De hoeveelheid peroxyde moet hoger zijn dan of gelijk zijn aan 3 g/kg eindproduct.

6.1.2. Korrelverdeling van de glasparels (Artikel 4.1.3 van NBN EN 1423)

De korrelverdeling van de glasparels moet conform zijn aan de specificaties voorzien in paragraaf 4.1.3 van de norm NBN EN 1423.

Per aangeboden product (gekenmerkt door zijn D - d), moet de producent, voor elke maaswijdte, de minimale en maximale waarden van zeefrest verklaren.

De volgende standaard korrelverdelingsklassen worden voorgesteld (afmetingen in μm , zelfs wanneer de zeven in mm gedefinieerd zijn): 600 – 125 (zie lager), 710 – 125, 1000 – 355, 850 – 425, 1400 – 600, 1700 – 710, 1700 – 1000, 1180 – 125, 1700 – 355.

Andere klassen kunnen door middel van technische rechtvaardiging worden voorgesteld, met het oog op de verbetering van de prestatiegerichte eigenschappen van het wegmarkeringsproduct.

- vb. Nastrooiglasparels: type (600 - 125).

Maaswijdte in μm	Gecumuleerde zeefresten (massa%)
710	0 – 2
600	0 – 10
355	30 – 70
212	70 – 100
125	95 – 100

6.1.3. Gevaarlijke stoffen bij glasparels (Artikel 4.1.4 van NBN EN 1423)

De eisen voor het gehalte aan gevaarlijke stoffen is als volgt:

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

6.2. Transparante stroefmakende middelen

6.2.1. Korrelverdeling van de transparante stroefmakende middelen (Artikel 4.2.2 van NBN EN 1423)

De korrelverdeling van de transparante stroefmakende middelen moet conform zijn aan de specificaties voorzien in paragraaf 4.2.2 van de norm NBN EN 1423.

Per voorgesteld product (gekenmerkt door zijn D-d), moet de fabrikant voor elke maaswijdte de minimale en maximale waarden van de zeefrest verklaren.

6.2.2. Gevaarlijke stoffen bij transparante stroefmakende middelen in glas (Artikel 4.2.3 van NBN EN 1423)

De eisen voor het gehalte aan gevaarlijke stoffen is als volgt:

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

6.2.3. Duurzaamheid voor transparante stroefmakende middelen (Artikel 4.2.4 van NBN EN 1423)

De brokkeligheidscoëfficiënt wordt bepaald zoals opgenomen in NBN EN 1423 op een representatief monster met een korrelverdeling tussen 0,2 mm en 2 mm.

6.3. Niet-transparante stroefmakende middelen

6.3.1. Korrelverdeling van de niet-transparante stroefmakende middelen (Artikel 4.3.3 van NBN EN 1423)

De korrelverdeling van de niet-transparante stroefmakende middelen moet conform zijn aan de specificaties voorzien in paragraaf 4.3.3 van de norm NBN EN 1423.

Per voorgesteld product (gekenmerkt door zijn D-d), moet de fabrikant voor elke maaswijdte de minimale en maximale waarden van de zeefrest verklaren.

6.3.2. Duurzaamheid van de niet-transparante stroefmakende middelen (Artikel 4.3.4 van NBN EN 1423)

De brokkeligheidscoëfficiënt wordt bepaald zoals opgenomen in NBN EN 1423 op een representatief monster met een korrelverdeling tussen 0,2 mm en 2 mm.

6.4. Mengsels van glasparels en stroefmakende middelen

De glasparels en de stroefmakende middelen moeten voldoen aan de eisen van onderhavige PTV. De proeven moeten op beide bestanddelen afzonderlijk worden uitgevoerd.

De verhoudingen van het mengsel van glasparels en stroefmakende middelen moeten volgens de proef gespecificeerd in NBN EN 1423 worden bepaald.

Het gehalte aan stroefmakende middelen is afhankelijk van de te bereiken performantieniveaus voor retroreflexie en voor stroefheid.

Te bereiken performantieniveaus worden beschreven in de norm NBN EN 1436.

Nota: De aandacht van de gebruiker wordt getrokken op het feit dat het onmogelijk is tegelijk een maximale performantie voor retroreflectie (terugkaatsing) én voor stroefheid te verkrijgen.

7. Omschrijving van de proeven

In dit artikel worden enkel aanvullingen op de proefmethodes van NBN EN 1423 vermeld.

7.1. Aanwezigheid van de oppervlaktebehandeling

7.1.1. Drijvend vermogen

- *Behandeling voor het verbeteren van het drijvend vermogen voor organische oplosmiddelen.*

De proef wordt uitgevoerd zoals beschreven in de norm NBN EN 1423.

- *Behandeling voor het verbeteren van het drijvend vermogen voor watergedragen verven.*

De behandeling wordt aangetoond op "fijne" parels. De proef wordt uitgevoerd op de doorval door de zeef van 500, 425 of 355 μm . De proef wordt uitgevoerd op basis van volgende werkwijze:

- een recipiënt met platte bodem wordt met water gevuld;
- de parels worden met een spatel genomen en ze worden voorzichtig gestrooid op het onbeweeglijke oppervlak (de spatel moet zeer dicht bij het wateroppervlak worden gehouden en zacht worden geschud om de parels op het oppervlak te laten glijden);
- visueel wordt het percentage drijvende parels geschat.

7.1.2. Omhulling met polymerisatie-initiatoren

- Voor te bereiden oplossingen:

- natriumjodide: een verzadigde oplossing wordt voorbereid waarbij 18.4 g waterrijke natriumjodide wordt opgelost in 10 ml water; de oplossing dient de dag zelf aangemaakt en in het donker bewaard; ze moet helder zijn;
- ijzerchloride: een moederoplossing (bij 1 g/l) wordt voorbereid waarbij 250 mg $\text{FeCl}_3 - 6\text{H}_2\text{O}$ wordt opgelost in 250 ml ijskoud azijnzuur; regelmatig wordt een finale oplossing voorbereid met een concentratie van 5 mg/l waarbij de moederoplossing 200 maal in ijskoud azijnzuur wordt opgelost;
- Zetmeel (facultatief): er wordt 0,50 g "oplosbaar" zetmeel afgewogen; dat wordt zorgvuldig vermengd met enkele ml koud water; de verkregen pasta wordt in 100 ml kokend water gegoten; de oplossing wordt gedurende ongeveer 2 minuten aan de kook gehouden (tot zij doorschijnend wordt) en dan wordt ze warm gefilterd.

- Veiligheidsvoorschriften:

De handelingen met zuur en chloroform gebeuren onder een afzuigkap.

- Werkwijze:

In een erlenmeyer van 250 ml wordt 10 g \pm 0,2 g van het te beproeven product afgewogen met een nauwkeurigheid van 10^{-4} g. Vervolgens worden 10 ml chloroform en 15 ml van een vers aangemaakte oplossing FeCl_3 van 5 mg/l toegevoegd.

Schudden om de peroxyde op te lossen.

Men doet stikstof doorheen de flacon gaan zodat aan het oppervlak van de vloeistof een soort van kuiltje wordt bekomen en dit, gedurende twee minuten.

Vervolgens wordt een oplossing van 2 ml natriumjodide toegevoegd (steeds onder een stroom stikstof) en de flacon wordt dichtgemaakt. Zacht schudden en gedurende een uur laten rusten in het donker (de oplossing neemt een donker gele kleur aan ingevolge de aanwezigheid van de peroxide). De reactietemperatuur moet ongeveer 20° C bedragen.

Voor de dosering wordt 50 ml gedemineraliseerd water toegevoegd. Er wordt vervolgens getitreerd met een oplossing van natriumthiosulfaat 0,1 N tot een bleekgele kleur wordt bekomen. Voor nog meer nauwkeurigheid wordt een oplossing van 3 ml zetmeel toegevoegd; de oplossing neigt dan naar blauw en het titreren wordt beëindigd als de oplossing volledig kleurloos is geworden. Het volume V_1 thiosulfaat, gebruikt voor het titreren, wordt genoteerd.

De hierboven aangehaalde procedure wordt opnieuw gestart met een niet behandeld product om V_2 te bepalen.

- Berekeningen:

Gehalte actieve zuurstof (%) = $(V_1 - V_2) \times N \times 8 \times 100/m$,

Gehalte peroxide (%) = gehalte actieve zuurstof $\times M/16$,

V_1 = ml natriumthiosulfaat, aangewend om het monster te titreren,

V_2 = ml natriumthiosulfaat, aangewend om het blanco te titreren,

N = normaliteit van de oplossing thiosulfaat ($N = 0,1$),

M = massa product in mg,

M = molaire massa van het peroxide (volgens de verklaringen van de producent;
bijvoorbeeld $M = 242$ voor de benzoylperoxyde).

Gelet op de voorwaarden met betrekking tot de werkwijze, geeft de vereenvoudigde berekening $(V_1 - V_2) \times 1,21$ rechtstreeks de hoeveelheid peroxyde in g per kg product.



COPRO asbl Organisme impartial de Contrôle de Produits pour la Construction

Z.1 Researchpark - Kranenberg 190 -1731 Zellik

☎ 02 468 00 95

info@copro.eu

TVA BE 0424.377.275

📠 02 469 10 19

www.copro.eu

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-réfléchi 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.



COPRO vzw Non profit-making Impartial Institute for the Control of Building Products

Z.1 Researchpark - Kranenberg 190 -1731 Zellik

☎ 02 468 00 95

info@copro.eu

VAT BE 0424 377 275

📠 02 469 10 19

www.copro.eu

KBC 426-4079801-56

TECHNICAL REQUIREMENTS	PTV	881
	Version 4.0	13-09-2012

**DROP-ON MATERIAL:
GLASS BEADS, ANTI-SKID AGGREGATES
AND MIXTURES OF THE TWO**

0. Content

1. Introduction.....	3
2. Scope	3
3. Normative references	3
4. Definitions.....	3
4.1. Glass beads.....	3
4.2. Anti-skid aggregates	3
4.3. Glass granules.....	3
5. The product requirements according to NBN EN 1423.....	3
6. Additional product requirements	4
6.1. Glass beads.....	4
6.2. Transparent anti-skid aggregates.....	5
6.3. Non-transparent anti-skid aggregates	6
6.4. Glass bead and anti-skid aggregate blends	6
7. Description of the tests.....	6
7.1. Availability of the surface treatment	6

1. Introduction

Since there was the publication of the harmonized European NBN EN 1423:2012 standard , a revision of the PTV 881:3.0 was necessary. The most important changes are the regulations concerning the content of dangerous substances.

Some test methods that had been described in the previous version of PTV 881 are, furthermore, now included in the NBN EN 1423:2012 standard.

This document was prepared and approved by COPRO's "Road marking products" Advisory Council.

2. Scope

The aim of this normative document is to prescribe and record the specifications, additional compliance criteria and the corresponding test methods of the drop-on materials, that are not described in the articles of the European NBN EN 1423:2012 standard.

Note: All properties specified in this standard are not obligatory for CE marking.

This document does not address the premix-glass beads defined in NBN EN 1424.

3. Normative references

(Which are not included in the NBN EN 1423:2012)

NBN EN 1423:2012 Road marking materials - Drop on material - Glass beads, antiskid aggregates and mixtures of the two.

NBN EN 1436 + A1 Road marking material – Road marking performance for road users.

G0025 marking systems - Homologation site on the road.

4. Definitions

4.1. Glass beads

See NBN EN 1423.

4.2. Anti-skid aggregates

See NBN EN 1423.

4.3. Glass grains

Angular glass particles intended for use as an anti-skid aggregates.

5. The product requirements according to NBN EN 1423

The requirements are specified in the NBN EN 1423 standard.

6. Additional product requirements

6.1. Glass beads

6.1.1. Surface treatment of the glass beads (Article 4.1.1 of NBN EN 1423)

6.1.1.1. Surface treatment classes

Special surface treatments of glass beads are possible.

These are divided into the following classes:

- no surface treatment
- moisture proof
- floatation
- improvement of adhesion
- coating by polymerization initiators
- other treatments aiming to improve the performance of the markings as in the NBN EN 1436 standard.

The presence of the surface treatment is controlled as specified in Article 7 of this PTV.

6.1.1.2. Scope

The treatments (concerning the floatation capacity, the improvement of the adhesion capacity, the coating by the polymerization initiators or the other treatments) are related to the nature of the marking products in the sense that they are adapted to the formulation of each producer. Their effectiveness can therefore only be valorised by a "system" approval that refers to both the marking product as well as the glass beads.

The producer of the beads may however propose some generic treatments, adapted to specific categories of marking products, determined simultaneously by the type (paint, cold plastics, thermoplastics, preformed road marking) and the grade of binding agents and/or solvents.

The tests performed on glass beads that are distinguishable from each other by their surface treatment, can refer to:

- either, quite simply, the presence of a surface treatment; no guarantee is given in terms of effectiveness; this is usually the case with the generic treatments;
- or, the effectiveness: the effectiveness of generic treatments may where appropriate be evaluated by measuring the performances by way of the G0025 approval guide.

6.1.1.3. Criteria

Moisture proof

All glass beads are to flow through the funnel mouth without interruption.

Floatation

If this attribute is declared, then the liquid phase for which this property applies should be reported.

- Treatment for organic solvents:
The percentage of visually assessed floating glass beads amounts to minimum:
 - On xylene minimum: 90 %;
 - On n – heptane: 75 %;
 - On tetrachloroethylene: 75 %.
- Treatment for aqueous solvents:
The percentage of visually assessed floating glass beads amounts to a 75 % minimum.

Treatment of the adhesion capacity

Requirements to be defined.

Coating with polymerisation initiators

The amount of peroxide should be higher than or equal to 3 g/kg of the final product.

6.1.2. Granulometry of the glass beads (Article 4.1.3 of NBN EN 1423)

The granulometry of the glass beads is to conform to the specifications provided in paragraph 4.1.3 of the NBN EN 1423 standard.

The manufacturer is to state the minimum and maximum values of sieve residue for each mesh size for each product (characterized by its D - d) offered.

The following standard granule size grades are proposed (Dimensions in μm , even when the sieve is defined in mm): 600 - 125 (see below), 710 - 125, 1000 - 355, 850 - 425, 1400 - 600, 1700 - 710, 1700 - 1000, 1180 - 125, 1700 - 355.

Other grades may be proposed by means of technical justification with a view to improving the performance specific characteristics of the road marking product.

- e.g. Drop-on glass beads: type (600 - 125).

Mesh size in μm	Accumulated residue from sieving (mass%)
710	0 - 2
600	0 - 10
355	30 - 70
212	70 - 100
125	95 - 100

6.1.3. Dangerous substances in glass beads (Article 4.1.4 of NBN EN 1423)

The requirements for the content of dangerous substances are as follows:

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

6.2. Transparent anti-skid aggregates

6.2.1. Granulometry of the transparent anti-skid aggregates (Article 4.2.2 of NBN EN 1423)

The granulometry of the transparent anti-skid aggregates is to conform to the specifications provided in paragraph 4.2.2 of the NBN EN 1423 standard.

The producer is to state the minimum and maximum values of sieve residue for each mesh size for each product (characterized by its D - d) proposed.

6.2.2. Dangerous substances in transparent anti-skid aggregates in glass (Article 4.2.3 of NBN EN 1423)

The requirements for the content of dangerous substances are as follows:

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

6.2.3. Durability of transparent anti-skid aggregates (Article 4.2.4 of NBN EN 1423)

The friability coefficient is determined as specified in NBN EN 1423 on a representative sample having a granule size between 0,2 mm and 2 mm.

6.3. Non-transparent anti-skid aggregates

6.3.1. Granulometry of the non-transparent anti-skid aggregates (Article 4.3.3 of NBN EN 1423)

The granulometry of the non-transparent anti-skid aggregates is to conform to the specifications provided in paragraph 4.3.3 of the NBN EN 1423 standard.

The producer is to state the minimum and maximum values of sieve residue for each mesh size for each product (characterized by its D - d) proposed.

6.3.2. Durability of the non-transparent anti-skid aggregates (Article 4.3.4 of NBN EN 1423)

The friability coefficient is determined as specified in NBN EN 1423 on a representative sample having a granule size between 0,2 mm and 2 mm.

6.4. Glass bead and anti-skid aggregate blends

The glass beads and the anti-skid aggregates are to comply with the requirements of this PTV. The tests are to be conducted on both components separately.

The proportions of the mixture of glass beads and non-skid aggregates are to be determined according to the test specified in NBN EN 1423.

The content of non-skid aggregates will depend on the desired performance levels for retro-reflection and for skid resistance.

Performance levels to be attained are described in the NBN EN 1436 standard.

Note: The attention of the user is drawn to the fact that it is impossible to obtain maximum performance for both retro-reflection (reflection) and skid resistance simultaneously.

7. Description of the tests

This article only deals with additions to the test methods mentioned in NBN EN 1423.

7.1. Availability of the surface treatment

7.1.1. Flootation capacity

- *Treatment for improving the flootation capacity for organic solvents.*
The test is conducted as described in the NBN EN 1423 standard.
- *Treatment for improving the flootation capacity for water-based paints.*

The treatment is demonstrated on "fine" beads. The test is conducted on the sieve's throughflow of 500, 425 or 355 μm . The test is conducted based on the following method:

- a container with a flat bottom is filled with water;
- a spatula is used to carefully sprinkle the beads on the immobile surface (the spatula should be very close to the surface of the water and should be gently shaken in order to slide the beads onto the surface);
- the percentage of floating pearls is estimated visually.

7.1.2. Coating with polymerisation initiators

- Solutions to prepare:

- sodium iodide: a saturated solution is prepared with 18.4 g anhydrous sodium iodide being dissolved in 10 ml of water; the solution should be made on the same day and stored in the dark; it is to be clear;
- ferric chloride: A base solution (of 1 g/l) is prepared where 250 mg of $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ is dissolved in 250 ml of ice-cold acetic acid; a final solution is systematically prepared with a concentration of 5 mg/l where 200 parts of the stock solution is dissolved into ice-cold acetic acid;
- Starch (optional): 0.50 g of "soluble" starch is weighed and is mixed thoroughly with a few ml of cold water; the resulting paste is added to 100 ml of boiling water; the solution is kept on the boil for about 2 minutes (until it becomes translucent) and is then filtered while hot.

- Safety regulations:

Handling acid and chloroform should always be done under an extractor hood.

- Method:

10 g \pm 0.2 g of the product to be tested is weighed with an accuracy of 10^{-4} g into a 250 ml Erlenmeyer flask. Then 10 ml chloroform and 15 ml of a freshly prepared solution of 5 mg/l FeCl_3 is added.

Shake to dissolve the peroxide.

Then allow nitrogen through the vial until a "dimple" is formed on the surface of the liquid for two minutes.

A solution of 2 ml sodium iodide is then added (still under a stream of nitrogen) and the vial is then closed. Shake gently and allow it to stand for one hour in the dark (the solution becomes dark yellow in colour due to the presence of the peroxide).

The reaction temperature should have a value of approximately 20° C.

50 ml of demineralised water is added prior to dosing. It is then titrated with a 0.1 N solution of sodium thiosulfate until it turns pale yellow. A solution of 3 ml of starch is added for greater accuracy; the solution then leans toward being blue and the titration is terminated when the solution becomes completely colourless. It is noted that a V_1 volume of thiosulphate is used for the titration.

The above-mentioned procedure is restarted with an untreated product to determine V_2 .

- Calculations:

Active oxygen content (%) = $(V_1 - V_2) \times N \times 8 \times 100/m$,

Peroxide content (%) = active oxygen content $\times M/16$,

V_1 = ml of sodium thiosulphate, used to titrate the sample,

V_2 = ml of sodium thiosulphate, used to titrate the untreated product,

N = normality of the thiosulphate solution ($N = 0.1$),

M = mass of product in mg,

M = molar mass of the peroxide (according to the manufacturer's declaration;
e.g. $M = 242$ for benzoyl peroxide).

In view of the conditions with regard to the method, the simplified calculation $(V_1 - V_2) \times 1.21$ gives the amount of peroxide in g per kg of product directly.
