

BỘ GIAO THÔNG VẬN TẢI

**TIÊU CHUẨN VẬT LIỆU NHỰA ĐƯỜNG ĐẶC
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM**

CƠ QUAN BAN HÀNH TIÊU CHUẨN: BỘ GIAO THÔNG VẬN TẢI

CƠ QUAN BIÊN SOẠN TIÊU CHUẨN: VIỆN KHOA HỌC CÔNG NGHỆ GTVT

HÀ NỘI - 2001

TIÊU CHUẨN NGÀNH

CHXHCN VIỆT NAM BỘ GIAO THÔNG VẬN TẢI	TIÊU CHUẨN VẬT LIỆU NHỰA ĐƯỜNG ĐẶC YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM	22 TCN - 279 - 01 Có hiệu lực từ ngày: 18 / 9 / 2001
---	---	--

I - QUY ĐỊNH CHUNG

1.1 Nhựa đường đặc dùng cho đường bộ là sản phẩm thu được từ công nghệ lọc dầu mỏ, bao gồm các hợp chất hydrocacbua cao phân tử như: C_nH_{2n+2} , C_nH_{2n} , hydrocacbua thơm mạch vòng (C_nH_{2n-6}) và một số dị vòng có chứa oxy, nitơ và lưu huỳnh; ở trạng thái tự nhiên, có dạng đặc quánh, màu đen.

1.2 Tiêu chuẩn này quy định các chỉ tiêu kỹ thuật của nhựa đường đặc theo mức nhựa đường, các phương pháp thí nghiệm xác định chỉ tiêu kỹ thuật của nhựa đường đặc và là cơ sở cho việc kiểm tra đánh giá chất lượng nhựa đường đặc dùng trong xây dựng đường bộ.

1.3 Mức của nhựa đường đặc được quy định theo cấp độ kim lún của nhựa đường, trong Tiêu chuẩn này đề cập 5 mức nhựa đường đặc tương ứng với 5 cấp độ kim lún là: 40/60; 60/70; 70/100; 100/150; 150/250.

1.4 Phương pháp lấy mẫu, khối lượng mẫu thí nghiệm tuân theo “Quy trình lấy mẫu vật liệu nhựa dùng cho đường bộ, sân bay và bến bãi” 22TCN-231-96.

1.5 Đối với nhựa đường lỏng, nhũ tương nhựa đường có yêu cầu xác định các chỉ tiêu kỹ thuật tương tự thì được phép dùng các phương pháp thí nghiệm trong tiêu chuẩn này.

1.6 Tiêu chuẩn này thay thế cho “Tiêu chuẩn phân loại nhựa đường đặc (bitum đặc) dùng cho đường bộ” 22TCN-227-95 và “Quy trình thí nghiệm nhựa đường đặc” 22TCN-63-84.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT

Chất lượng của nhựa đường đặc dùng trong xây dựng đường bộ được quy định đánh giá theo 10 chỉ tiêu kỹ thuật tương ứng với 5 mức của nhựa đường dẫn ra ở bảng 1.

TIÊU CHUẨN KỸ THUẬT VẬT LIỆU NHỰA ĐƯỜNG ĐẶC DÙNG CHO ĐƯỜNG BỘ

TT	CÁC CHỈ TIÊU KỸ THUẬT	ĐƠN VỊ	TRỊ SỐ TIÊU CHUẨN THEO CẤP ĐỘ KIM LÚN (MÁC)				
			40/60	60/70	70/100	100/150	150/250
1	Độ kim lún ở 25°C Penetration at 25 Deg C	0.1m m	40-60	60-70	70-100	100-150	150-250
2	Độ kéo dài ở 25°C Ductility at 25 Deg C	cm	min. 100				
3	Nhiệt độ hoá mềm (Phương pháp vòng và bi) Softening Point (Ring and Ball Method)	°C	49-58	46-55	43-51	39-47	35-43
4	Nhiệt độ bắt lửa Flash Point	°C	min. 230				min. 220
5	Lượng tổn thất sau khi đun nóng ở 163°C trong 5 giờ Loss on Heating for 5 hours at 163 Deg C	%	max. 0,5	max. 0,8			
6	Tỷ lệ độ kim lún của nhựa đường sau khi đun nóng ở 163°C trong 5 giờ so với độ kim lún ở 25°C Ratio of Penetration of Residue after Heating for 5 hours at 163 Deg C to Orginal	%	min. 80	min. 75	min. 70	min. 65	min. 60
7	Lượng hoà tan trong Trichloroethylene Solubility in Trichloroethylene C ₂ CL ₄	%	min. 99				
8	Khối lượng riêng ở 25°C Specific Gravity at 25 Deg C	g/cm ³	1,00-1,05				
9	Độ dính bám đối với đá Effect of Water on Bituminous – Coated Aggregate Using Boiling Water	cấp độ	min. cấp 3				
10	Hàm lượng Paraphin Wax Paraffin Content	%	max. 2,2				
1- Danh mục các phép thí nghiệm tương đương - xem phụ lục A							
2- Lựa chọn mác nhựa đường dùng cho mục đích xây dựng đường bộ - xem phụ lục B							

III. CÁC PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM

1. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH ĐỘ KIM LÚN CỦA NHỰA ĐƯỜNG

1. Định nghĩa, phạm vi áp dụng

1.1 Độ kim lún của nhựa đường là độ lún tính bằng phần mười milimet mà một kim tiêu chuẩn xuyên thẳng đứng vào mẫu nhựa đường trong điều kiện nhiệt độ, thời gian và tải trọng quy định.

1.2 Thí nghiệm độ kim lún của nhựa đường được tiến hành ở nhiệt độ $25^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ trong thời gian 5 giây với tổng trọng lượng gia tải lên kim là $100\text{g} \pm 0,1\text{g}$.

1.3 Khi muốn thí nghiệm độ kim lún của nhựa đường ở các nhiệt độ khác, các thông số về trọng lượng kim xuyên và thời gian thí nghiệm tương ứng dẫn ở bảng 2.

1.4 Phương pháp này dùng để xác định độ kim lún của nhựa đường đặc có độ kim lún đến 350, của nhựa đường lỏng sau khi đã chưng cất đến 360°C và của nhũ tương nhựa đường sau khi đã tách nước.

2. Thiết bị thí nghiệm

2.1 Thiết bị đo độ kim lún

Một thiết bị chuẩn cho phép trục xuyên chuyển động lên xuống dễ dàng không có ảnh hưởng của ma sát. Có một đồng hồ đo xuyên khắc vạch và kim đồng hồ để xác định dễ dàng và chính xác độ lún của kim xuyên đến 0,1mm. Xem hình 1.

2.2 Kim xuyên

Kim xuyên được chế tạo từ thép đã tôi cứng và không gỉ và có thể hiệu chỉnh để trọng lượng của kim và trục là $50 \pm 0,05\text{g}$. Khi thí nghiệm, trục, kim sẽ được gia tải bằng một vật nặng đảm bảo tổng trọng lượng (kim, trục, vật nặng) là $100 \pm 0,1\text{g}$.

Kim xuyên tiêu chuẩn có chiều dài khoảng 50mm(2in.), đường kính kim (1-1,02mm) và đầu hình côn của kim tạo góc $8,7^{\circ} - 9,7^{\circ}$.

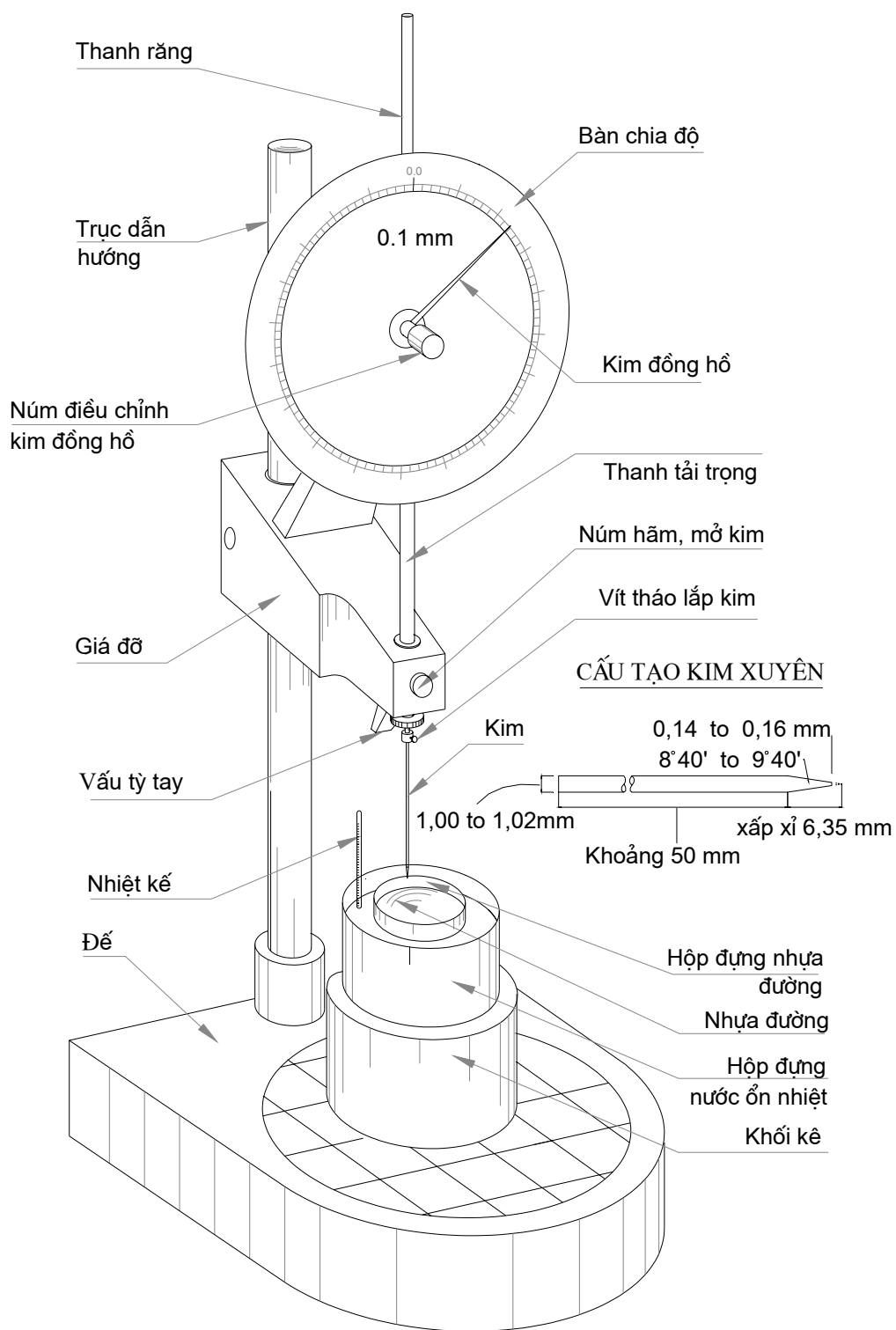
Mũi kim xuyên có đường kính $3,2 \pm 0,05\text{mm}$, dài $38 \pm 1\text{mm}$. Ở cuối của mũi kim xuyên có khoan lỗ hay làm phẳng cạnh để điều chỉnh trọng lượng.

2.3 Cốc mẫu

Cốc bằng kim loại hình trụ đáy phẳng, có nắp đậy, các kích thước chủ yếu như sau:

- Đường kính 55mm, sâu 35mm dùng cho nhựa đường có độ kim lún ≤ 200 (dung tích quy ước 90 ml).

- Đường kính 70mm, sâu 45mm dùng cho nhựa đường có độ kim lún > 200 (dung tích quy ước 175 ml).



Hình 1. DỤNG CỤ ĐO ĐỘ KIM LÚN NHỰA ĐƯỜNG

2.4 Chậu đựng nước(bồn nước bảo ôn nhiệt)

Sử dụng để duy trì nhiệt độ của mẫu nhựa đường không sai khác quá $0,1^{\circ}\text{C}$ so với nhiệt độ thí nghiệm.

Thể tích nước trong chậu không được nhỏ hơn 10 lít. Chiều cao của chậu không được nhỏ hơn 200mm.

Nước trong chậu phải sạch, không chứa dầu và chất hữu cơ. Tốt nhất là dùng nước cất đã khử ion.

Khi không có bồn điều chỉnh nhiệt độ tự động thì khi thí nghiệm phải chuẩn bị sẵn nước đá và nước sôi để điều chỉnh nhiệt độ nước trong chậu hoặc bồn tự tạo cùng với nhiệt kế.

Bồn nước bảo ôn nhiệt $25 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ có dung tích không nhỏ hơn 10lít, trong bồn có có giá đỡ đặt cách đáy không nhỏ hơn 50mm và sao cho mặt mẫu sau khi kê trên giá ngập dưới mặt nước ít nhất 100mm. Mẫu thí nghiệm được tiến hành trong bồn thì giá phải đủ chắc chắn.

2.5 Bình chứa cốc mẫu nhựa đường

Bình hình trụ, đáy phẳng bằng kim loại, hoặc thuỷ tinh chắc chắn.

Đường kính trong của bình không được nhỏ hơn 90mm, độ sâu của bình không được nhỏ hơn 55mm.

2.6 Nhiệt kế

Nhiệt kế thuỷ tinh 50°C được chuẩn hoá có vạch chia sai số tối đa $0,1^{\circ}\text{C}$.

2.7 Đồng hồ đo thời gian

Loại đồng hồ điện tử hoặc cơ khí bấm giây, bảo đảm đo được đến 0,1s và có độ chính xác $\pm 0,1\text{s}$ trong một phút.

2.8 Dụng cụ cấp nhiệt

Bếp ga, bếp điện hoặc bếp dầu hoả để đun nóng chảy nhựa đường.

2.9 Thiết bị điều hoà nhiệt độ trong phòng.

3. Chuẩn bị mẫu

3.1 Tạo mẫu

Mẫu nhựa đường thí nghiệm được đun nóng cẩn thận để không nóng cục bộ cho đến khi chảy lỏng nhưng không được cao hơn 90°C so với nhiệt độ hoá mềm. Khuấy liên tục để tránh tạo bọt khí và không đun mẫu quá 30 phút.

Rót nhựa đường vào các cốc chứa mẫu đến cách miệng cốc khoảng 5mm. Đậy nắp để chống nhiễm bẩn. Để nguội trong không khí ở nhiệt độ không quá 30°C và không nhỏ hơn 15°C với thời gian từ 1 đến 1,5 giờ đối với cốc có dung tích 90ml và từ 1,5 đến 2 giờ đối với cốc có dung tích 175ml. Nếu nhiệt độ tự nhiên của không khí trong phòng thí nghiệm không đạt trong khoảng nêu trên, phải sử dụng điều hoà nhiệt độ.

3.2 Duy trì mẫu ở nhiệt độ tiêu chuẩn

Trong trường hợp không có bồn bảo ôn mẫu tự động thì có thể dùng nước đá và nước sôi để duy trì nhiệt độ của nước trong chậu là 25°C . Ngâm các cốc

chứa nhựa đường vào chậu nước trong thời gian từ 1 giờ đến 1,5 giờ với cốc có dung tích quy ước 90ml và từ 1,5 giờ đến 2 giờ với cốc có dung tích quy ước 175ml với điều kiện mặt mẫu phải ngập dưới mặt nước ít nhất 100mm và đáy cốc phải kê cách đáy chậu là 50mm.

4. Thí nghiệm

4.1 Kiểm tra để bảo đảm chắc chắn rằng thiết bị xuyên ổn định, bằng phẳng. Lau sạch kim bằng giẻ mềm có tấm dung môi phù hợp (hoặc dầu hỏa). Lau khô kim bằng giẻ mềm, lắp kim vào trục, lắp quả gia tải để đảm bảo tổng tải trọng là $100g \pm 0,1g$.

4.2.a Nếu thí nghiệm được tiến hành trong bồn nước bảo ôn, đặt mẫu thẳng dưới thiết bị xuyên và làm bước 4.3.

4.2.b Nếu làm ngoài ở ngoài bồn nước bảo ôn nhiệt thì dùng nước ở nhiệt độ thí nghiệm đổ vào bình chứa mẫu sau đó chuyển cốc mẫu từ chậu nước sang bình chứa mẫu sao cho cốc mẫu ngập hoàn toàn trong nước của bình chứa mẫu (ngập ít nhất 10mm). Đặt bình chứa mẫu có chứa cốc mẫu vào đế thiết bị xuyên và tiến hành thí nghiệm ngay.

4.3 Điều chỉnh sao cho đầu mũi kim xuyên vừa chạm sát mặt mẫu. Chỉnh kim đồng hồ đo lún về vị trí 0. Nhanh chóng mở chốt hãm để kim xuyên vào mẫu nhựa đường đồng thời bấm đồng hồ đo thời gian. Sau 5 giây, đóng chốt hãm và điều chỉnh thiết bị để đọc được trị số độ kim lún.

4.4 Thí nghiệm ít nhất là 3 mũi xuyên tại các điểm đồng thời cách thành cốc và cách nhau ít nhất 10mm.

- Trường hợp không tiến hành trong bồn nước bảo ôn, sau mỗi lần thí nghiệm (xuyên), phải chuyển cốc mẫu trở lại chậu nước rồi lặp lại nội dung ở 4.2.b.

- Đối với mẫu thí nghiệm có độ kim lún ≤ 200 , sau mỗi lần xuyên, có thể rút kim lên, lau sạch và khô mũi kim để dùng cho lần xuyên sau đó.

- Đối với mẫu thí nghiệm có độ kim lún > 200 , sử dụng 3 mũi kim để thí nghiệm liên tục ứng với 3 vị trí. Sau khi thí nghiệm xong mới rút các mũi kim lên.

Ghi chú: Các thông số nhiệt độ, trọng lượng kim xuyên và thời gian thí nghiệm độ kim lún ở các nhiệt độ khác theo quy định ở bảng 2:

Bảng 2

<i>Nhiệt độ (°C)</i>	<i>Trọng lượng kim xuyên (gam)</i>	<i>Thời gian, giây</i>
0	200	60
4	200	60
45; 46,1	50	5

5. Báo cáo kết quả thí nghiệm

5.1 Độ kim lún, tính theo đơn vị 1/10mm, là trị số nguyên trung bình của ba lần xuyên với một mẫu thử.

5.2 Sai số cho phép giữa các lần đo không được vượt quá các số liệu ở bảng 3. Nếu vượt quá các giá trị ở bảng 3, phải làm lại thí nghiệm.

Bảng 3

SAI SỐ CHO PHÉP GIỮA CÁC LẦN ĐO

Độ kim lún	0÷49	50÷149	150÷249	250÷500
Hiệu số giữa trị số cao nhất và thấp nhất của 1 mẫu thí nghiệm	≤ 2	≤ 4	≤ 12	≤ 20

2. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH ĐỘ KÉO DÀI CỦA NHỰA ĐƯỜNG

1. Định nghĩa, phạm vi áp dụng

1.1 Độ kéo dài của vật liệu nhựa đường là khoảng cách đo được, tính bằng đơn vị centimét, từ thời điểm bắt đầu mẫu bị kéo dài ra cho đến khi vừa đứt trong điều kiện vận tốc và nhiệt độ qui định.

1.2 Thí nghiệm được tiến hành khi hai đầu khuôn mẫu được kéo tách ra với vận tốc là 50mm/phút $\pm 5\%$ ở nhiệt độ $25^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

1.3 Khi muốn xác định độ kéo dài ở nhiệt độ thấp thì thí nghiệm được tiến hành ở nhiệt độ 4°C và vận tốc kéo dài là 10mm/phút.

1.4 Vật liệu thí nghiệm là nhựa đường đặc, của nhựa đường lỏng sau khi đã chưng cất tới 360°C và của nhũ tương nhựa đường sau khi đã tách nước.

2. Thiết bị thí nghiệm

2.1 Khuôn

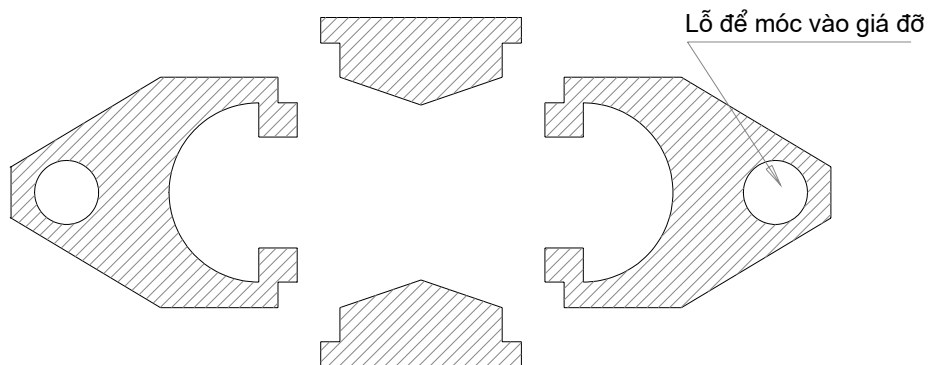
Khuôn chuẩn được chế tạo bằng vật liệu đồng, tấm đáy của khuôn phẳng và nhẵn để khuôn tiếp xúc hoàn toàn với đáy. Xem hình 2. Cần có 3 khuôn cho một lần thí nghiệm.

2.2 Bồn nước bảo ôn nhiệt

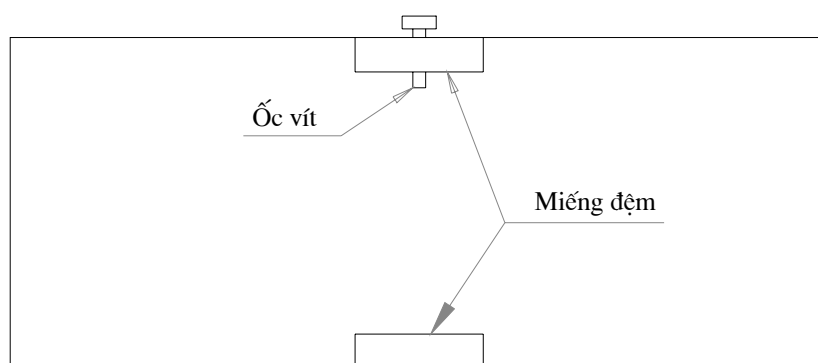
Bồn nước bảo ôn nhiệt nhằm duy trì nhiệt độ của nước theo qui định, không sai khác quá $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Thể tích của nước trong bình không được nhỏ hơn 10 lít, nước trong bình phải sạch, không được chứa dầu, vôi và các chất hữu cơ khác. Khuôn mẫu sẽ được giữ trên tấm kim loại có khoan lỗ đặt trong bình bảo đảm cho mẫu cách đáy bình 50mm và cách mặt nước không nhỏ hơn 100mm.

2.3 Máy thí nghiệm

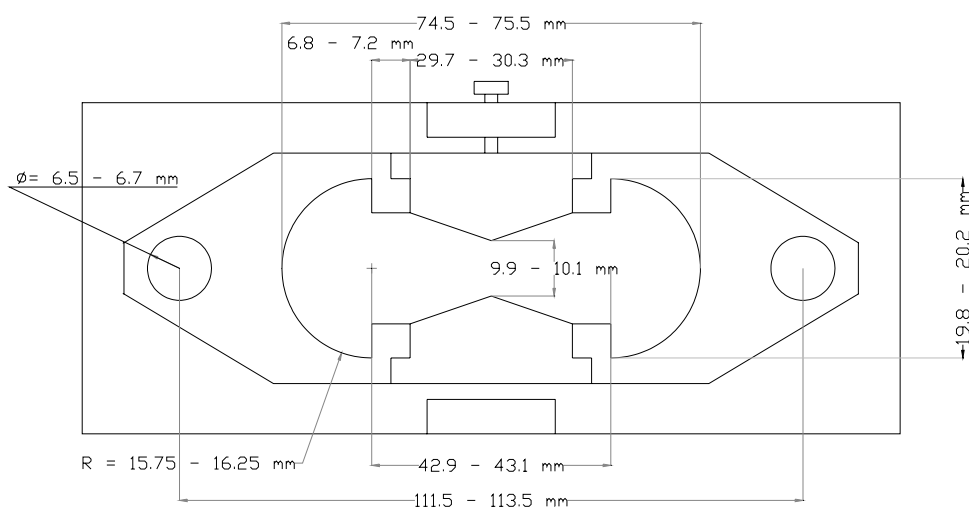
Máy thí nghiệm được chế tạo bảo đảm vận tốc kéo mẫu ổn định, không thay đổi theo qui định, máy có độ ổn định lớn, không rung trong quá trình thí nghiệm. *Xem hình 3.*



1. KHUÔN 4 MẢNH

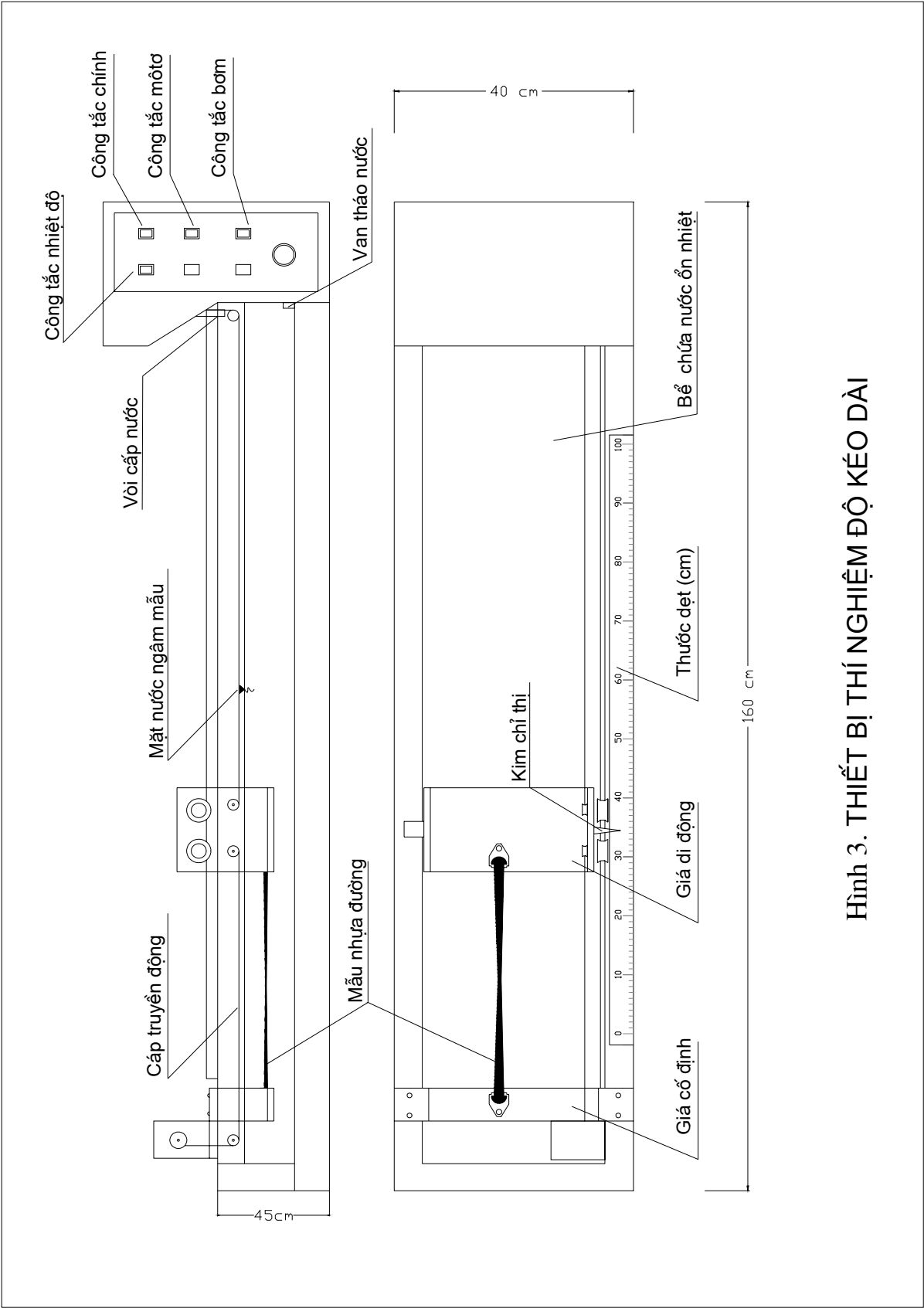


2. ĐẾ KHUÔN



3. KHUÔN SAU KHI LẮP XONG

HÌNH 2. BỘ KHUÔN ĐÚC MẪU THÍ NGHIỆM ĐỘ KÉO DÀI



Hình 3. THIẾT BỊ THÍ NGHIỆM ĐỘ KÉO DÀI

2.4 Nhiệt kế

Nhiệt kế dùng để đo nhiệt độ của nước trong bình giữ mẫu và nước trong máy thử nghiệm có vạch chia sai số tối đa $0,1^{\circ}\text{C}$

2.5 Thiết bị gia nhiệt

Có thể dùng bếp điện hoặc bếp ga để đun chảy vật liệu nhựa đường.

2.6 Cốc chứa nhựa đường

Loại cốc có thể dùng để đựng nhựa đường khi đun nóng chảy.

2.7 Dao gọt

Loại dao phẳng, bản rộng ít nhất là 38mm dùng để cắt nhựa đường tách ra khỏi khuôn.

3. Trình tự thí nghiệm

3.1 Chuẩn bị khuôn: Xoa đều vadolin vào tấm đáy và mặt trong của hai mảnh khuôn nhỏ phía bên hông, lắp khuôn vào tấm đáy.

3.2 Đun nóng chảy nhựa đường: Duy trì nhiệt độ tối thiểu để hoá lỏng hoàn toàn nhựa đường trong cốc chứa. Tránh đun nóng cục bộ, khuấy đều nhựa đường lỏng tránh tạo bọt khí.

3.3 Đổ nhựa đường lỏng vào khuôn: Rót đều nhựa đường lỏng sau khi đã lọc qua rây N°50 ($300\mu\text{m}$) vào khuôn sao cho nhựa đường chảy thành dòng từ sau ra trước và từ đầu này đến đầu kia của khuôn cho đến khi đầy quá mặt khuôn. Để nguội mẫu ở nhiệt độ trong phòng khoảng 30 - 40 phút. Sau đó đặt toàn bộ khuôn mẫu vào trong bồn nước bảo ôn, duy trì ở nhiệt độ qui định trong thời gian 30 phút. Lấy khuôn mẫu ra khỏi bồn, dùng dao đã hơi nóng gọt cẩn thận phần nhựa đường thừa trên mặt mẫu sao cho bằng mặt.

3.4 Giữ mẫu ở nhiệt độ chuẩn (bảo dưỡng mẫu): Đặt mẫu trở lại bồn bảo ôn, duy trì ở nhiệt độ qui định trong thời gian 85 - 90 phút. Sau đó nhấc mẫu ra, tháo tấm đáy và các mặt khuôn xung quanh và thí nghiệm ngay.

3.5 Thí nghiệm:

Trong khi thí nghiệm nước ở trong thùng máy phải ở nhiệt độ tiêu chuẩn qui định, lượng nước phải bảo đảm ngập cả mặt trên và mặt dưới của mẫu 25mm.

Lắp mẫu vào máy, đóng công tắc cho máy kéo dài làm việc, theo dõi để đọc và ghi trị số kéo dài của mẫu tại thời điểm mẫu bị đứt (Tại thời điểm đọc, tiết diện sợi chỉ nhựa đường gần như bằng không).

Nếu cần thiết có thể sử dụng một dung dịch nào đó như NaCl hoặc methylic thay cho nước ở thùng máy, điều chỉnh trọng lượng riêng của dung dịch sao cho nhựa đường không nổi lên bề mặt và cũng không chìm xuống đáy thùng máy trong thời gian thử nghiệm.

4. Báo cáo kết quả thí nghiệm

4.1 Độ kéo dài (tính theo cm) là trị số trung bình của kết quả đọc sau 3 lần thí nghiệm ứng với 3 mẫu.

4.2 Sai số cho phép giữa các lần thí nghiệm không được chênh nhau quá 10%.

3. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH NHIỆT ĐỘ HOÁ MỀM CỦA NHỰA ĐƯỜNG (PHƯƠNG PHÁP VÒNG VÀ BI)

1. Định nghĩa, phạm vi áp dụng

1.1 Một viên bi thép đặt trên mặt mẫu nhựa đường được chứa trong khuôn có kích thước định sẵn và toàn bộ được đặt trong một bình chứa "chất lỏng" đun nóng với tốc độ qui định. Nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường là nhiệt độ mà ở đó mẫu nhựa đường đủ mềm vì chảy dẻo để viên bi thép, có trọng lượng và kích thước quy định, bọc nhựa đường rơi xuống với khoảng cách 25,4mm (01 in).

1.2 "Chất lỏng" sử dụng trong thí nghiệm này có thể được chọn từ 1 trong 3 loại sau tùy theo nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường:

- Ethylene glycol: nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường từ 30°C đến 110°C và nhiệt độ ban đầu của nước trong bình là 5°C ± 1°C;

- Nước cất: nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường từ 30°C đến 80°C và nhiệt độ ban đầu của nước trong bình là 5°C ± 1°C;

- USP glycerin: nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường từ 80°C đến 157°C và nhiệt độ ban đầu của nước trong bình là 30°C ± 1°C.

(Nội dung dưới đây trình bày ứng với "chất lỏng" được chọn là Ethylene glycol)

1.3 Phương pháp này nhằm xác định nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường đặc, nhựa đường lỏng sau khi đã chưng cất đến 360°C và nhũ tương nhựa đường sau khi đã tách nước.

2. Thiết bị thí nghiệm

2.1 Khuôn mẫu

Hai vành khuyên tròn chuẩn bằng đồng có đường kính trong 15,9 ± 0,3mm và chiều cao 6,4 ± 0,4mm để chứa nhựa đường.

2.2 Bi thép

Hai viên bi thép tròn có đường kính 9,5 ± 0,03mm, nặng 3,50 ± 0,05 gam.

2.3 Vòng dẫn hướng

Vòng dẫn hướng của bi thép có 3 hoặc 4 vít để định tâm.

2.4 Khung treo (Giá treo)

Khung treo để giữ khuôn chứa mẫu, vòng dẫn hướng và bi thép ngập lơ lửng trong bình chứa ethylene glycol. Xem hình 4.

2.5 Bình chứa ethylene glycol

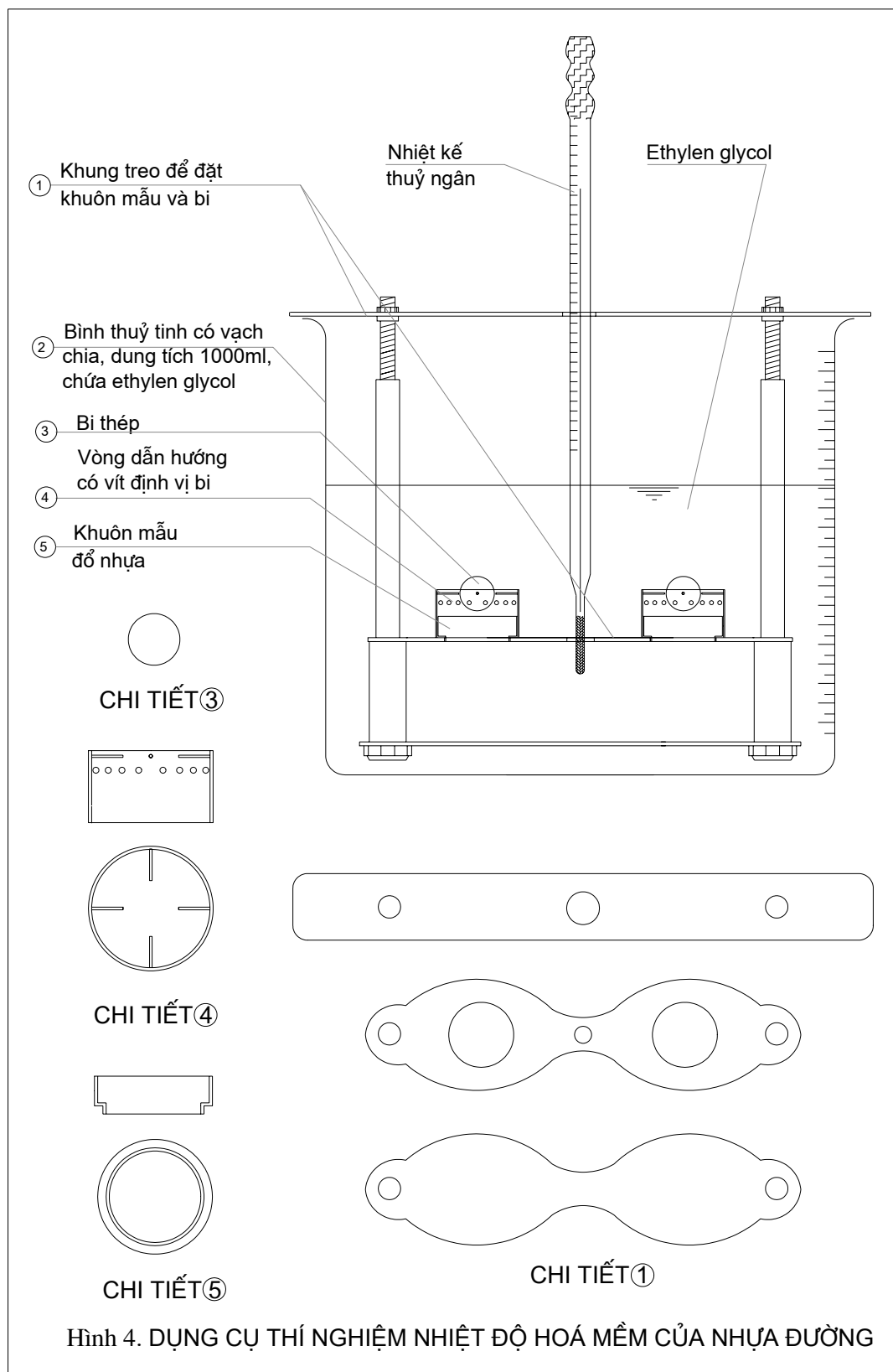
Bình thủy tinh chịu nhiệt có dung tích 800ml để chứa ethylene glycol.

2.6 Dụng cụ cấp nhiệt

Bếp cồn hay dầu hỏa có lưới amiăng, điều chỉnh được nhiệt độ.

2.7 Nhiệt kế

Nhiệt kế thủy ngân 200°C, có vạch chia sai số tối đa 0,5°C.



2.8 Dao cắt

Dao dùng để cắt phẳng mặt mẫu nhựa đường.

2.9 Vật liệu và hoá chất cần dùng

- Ethylene glycol có điểm sôi giữa 193°C - 204°C ;
- Vadolin (glixerin) để bôi trơn;
- Nước đá.

3. Chuẩn bị mẫu

3.1 Đun nóng mẫu nhựa đường cẩn thận sao cho không để nóng chảy cục bộ, khuấy đều để tránh tạo bọt khí. Nhiệt độ đun nóng không quá 50°C so với nhiệt độ hoá mềm dự kiến và không được đun mềm quá 30 phút.

3.2 Đặt 2 vòng lên bản đáy có bôi trơn bằng vadolin. Đổ nhựa đường đã đun vào 2 vòng cho đầy. Để nguội trong không khí 30 phút, sau đó dùng dao nóng gạt phẳng mặt mẫu nhựa đường.

4. Thí nghiệm

4.1 Đổ ethylene glycol vào bình thuỷ tinh với chiều cao dung dịch khoảng $105 \pm 3\text{mm}$. Lắp khuôn mẫu, vòng dẫn hướng bi thép và nhiệt kế vào giá treo. Ngâm giá treo vào bình sao cho mặt trên khuôn mẫu cách mặt trên của dung dịch lớn hơn 50mm và mặt dưới mẫu cách đáy đúng 5.08mm. Treo nhiệt kế sao cho bầu thuỷ ngân ngang đáy vòng mẫu nhưng không chạm vòng.

4.2 Duy trì nhiệt độ của dung dịch trong bình có chứa vòng mẫu ở nhiệt độ quy định 1°C trong 15 phút bằng cách thích hợp (để bình trong thùng nước đá). Sau đó dùng panh kẹp đưa viên bi đã làm lạnh trước đó vào vị trí vòng dẫn hướng đặt phía trên khuôn mẫu. Nối các vít của vòng dẫn hướng sao cho viên bi nằm đúng ở giữa mặt mẫu.

4.3 Gia nhiệt ở đáy bình với tốc độ ổn định $1^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ / phút. Tất cả thí nghiệm mà trong đó việc tăng nhiệt độ quá giới hạn cho phép ở trên đều bị loại.

4.4 Ghi lại nhiệt độ hoá mềm của mỗi một trong 2 vòng và bi mà ở thời điểm đó viên bi bục nhựa đường rơi chạm tới tấm đáy của giá treo.

5. Báo cáo kết quả thí nghiệm

5.1 Báo cáo chính xác tới $0,5^{\circ}\text{C}$ số liệu trung bình nhiệt độ hoá mềm của 2 vòng và bi.

5.2 Nếu sự chênh lệch về nhiệt độ hóa mềm của 2 vòng và bi (trong 1 lần thí nghiệm) sai khác quá 1°C đối với nước và 2°C đối với ethylene glycol thì phải làm lại thí nghiệm.

5.3 Trong kết quả phải ghi rõ loại dung dịch nào được sử dụng. Kết quả thí nghiệm nhiệt độ hoá mềm khi sử dụng ethylene glycol sai khác so với sử dụng nước cất theo công thức:

$$\text{SP}(\text{nước}) = 0,974118 \times \text{SP}(\text{ethylene glycol}) - 1,44459^{\circ}\text{C}$$

4. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH NHIỆT ĐỘ BẮT LỬA, NHIỆT ĐỘ BỐC CHÁY CỦA NHỰA ĐƯỜNG

1. Định nghĩa, phạm vi áp dụng

1.1 Nhiệt độ bắt lửa là điểm nhiệt độ thấp nhất tại áp suất khí quyển 760mm Hg mà ở đó ngọn lửa thí nghiệm làm cho mẫu bốc hơi và cháy dưới điều kiện quy định của thí nghiệm.

1.2. Nhiệt độ bốc cháy là điểm nhiệt độ thấp nhất trong điều kiện thí nghiệm mà tại đó mẫu bị cháy trong thời gian 5 giây.

1.3 Phương pháp này dùng để xác định nhiệt độ bắt lửa và nhiệt độ bốc cháy của nhựa đường đặc bằng thiết bị và quy trình mô tả sau đây.

2. Thiết bị

2.1 Giá đỡ mẫu

Một giá đỡ tiêu chuẩn có các vị trí để đặt cốc mẫu, nhiệt kế, có bộ phận gia nhiệt phía trước (bếp ga, đèn cồn).

2.2 Cốc mẫu

Một cốc mẫu chuẩn bằng đồng có đường kính trong 63 ± 1 mm, chiều sâu 33 ± 1 mm.

2.3 Nhiệt kế

Nhiệt kế đo được tới 400°C , có vạch chia sai số tối đa $0,5^{\circ}\text{C}$.

2.4 Đồng hồ bấm giây.

3. Chuẩn bị mẫu

3.1 Rửa sạch và làm khô cốc mẫu. Đặt cốc mẫu vào vị trí định vị trên giá đỡ. Lắp nhiệt kế vào giá đỡ ở vị trí thẳng đứng tại tâm của cốc, bảo đảm đáy bầu nhiệt kế cách đáy cốc 6 -7mm.

3.2 Đổ mẫu nhựa đường thí nghiệm đã hâm nóng thành dạng lỏng vào cốc mẫu với chiều cao thấp hơn miệng cốc 9-10mm. Để mẫu nguội và ổn định ở nhiệt độ bình thường trong thời gian 30 phút với nhựa đường đặc.

4. Thí nghiệm

4.1 Châm lửa đèn đốt thí nghiệm, điều chỉnh ngọn lửa để đạt được tốc độ gia nhiệt $14^{\circ}\text{C} - 17^{\circ}\text{C} / \text{phút}$ cho đến khi nhiệt độ của mẫu tăng xấp xỉ dưới nhiệt độ bốc cháy 56°C (hoặc khi nhiệt độ của mẫu đạt xấp xỉ 120°C). Sau đó hạ lửa từ từ để tốc độ gia nhiệt chỉ còn $5^{\circ}\text{C} - 6^{\circ}\text{C} / \text{phút}$ trong suốt quá trình còn lại.

4.2 Khi nhiệt độ của mẫu tăng xấp xỉ đến điểm dưới nhiệt độ bốc cháy 28°C (hoặc khi nhiệt độ của mẫu đạt xấp xỉ 150°C) thì bắt đầu phóng lửa hoặc hơ que lửa trên mặt mẫu nhựa đường không cao hơn 2mm trên mép trên của cốc. Có thể cho ngọn lửa đi theo đường thẳng hay đường vòng tròn có bán kính không nhỏ

hơn 150mm và đi theo một hướng. Lặp lại thao tác tại các thời điểm khi nhiệt độ mẫu tăng lên từng 2°C (hoặc 20 giây 1 lần).

4.3 Cứ làm như vậy và quan sát đến khi nào ngọn lửa đi qua mặt mẫu nhựa đường làm bốc lên một ngọn lửa xanh mà khi rút que ra (hoặc ngừng phóng lửa) thì ngọn lửa xanh tắt ngay thì ghi lại nhiệt độ. Đó là nhiệt độ bắt lửa.

4.4 Nếu muốn tìm thêm nhiệt độ bốc cháy thì tiếp tục gia nhiệt với tốc độ 5°C-6°C / phút và lặp lại các thao tác như trên. Khi nào ngọn lửa xanh xuất hiện trên bề mặt mẫu bị tum và tồn tại ít nhất là 5 giây thì ghi lại nhiệt độ. Đó là nhiệt độ bốc cháy.

5. Tính toán và báo cáo kết quả thí nghiệm

5.1 Nhiệt độ bắt lửa và nhiệt độ bốc cháy được báo cáo chính xác tới 2°C.

5.2 Trong trường hợp áp suất không khí tại thời điểm thí nghiệm khác 760mmHg, việc hiệu chỉnh nhiệt độ bắt lửa và nhiệt độ bốc cháy được thực hiện theo công thức sau:

$$T = C + 0,03 (760 - P) , ^\circ\text{C}$$

Trong đó:

T - nhiệt độ bắt lửa hoặc nhiệt độ bốc cháy hiệu chỉnh;

C - nhiệt độ bắt lửa hoặc nhiệt độ bốc cháy tại thời điểm thí nghiệm chính xác đến 2°C;

P - áp suất khí quyển tại thời điểm thí nghiệm.

5. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH LƯỢNG TỔN THẤT SAU KHI ĐUN NÓNG NHỰA ĐƯỜNG

1. Định nghĩa, phạm vi áp dụng

1.1 Phương pháp bao gồm việc xác định sự tổn thất khối lượng (không kể nước) của nhựa đường khi đun nóng như mô tả dưới đây.

1.2 Phương pháp kiểm tra này chỉ cung cấp giá trị tương đối về khả năng bay hơi của nhựa đường dưới các điều kiện kiểm tra.

1.3 Tổn thất về khối lượng được xác định bằng sự so sánh trước và sau khi đun 50g nhựa đường đựng trong một hộp có đường kính 55mm trong 5 giờ ở 163°C.

2. Thiết bị thí nghiệm

2.1 Lò sấy

Lò sấy điện có thể tăng được nhiệt lên tới 180°C; Ngoài ra, nó còn phải thoả mãn những yêu cầu sau:

- Lò sấy có hình chữ nhật với kích thước mỗi chiều bên trong nhỏ nhất là 13in (330mm). Lò sấy có một cửa trước có bản lề khít.

- Cửa phía trước của lò sấy chứa một cửa sổ có kích thước ít nhất là 100x100mm gồm 2 tấm kính cách nhau 1 khoảng không. Một nhiệt kế thẳng đứng đặt ở vị trí xác định trong khoảng không giữa 2 tấm kính cho phép đọc nhiệt độ mà không cần mở cửa lò sấy. Lò sấy có thể có 1 cửa thủy tinh để có thể theo dõi diễn biến của quá trình.

- Lò sấy phải có bộ phận thông hơi thích hợp để đối lưu không khí. Xem hình 5.

2.2 Giá quay

Lò sấy có một giá quay hình tròn bằng kim loại. Giá được treo lên 1 trục thẳng đứng ở giữa tâm lò sấy. Giá quay bằng cơ học với tốc độ $5 \div 6$ vòng /phút.

2.3. Nhiệt kế

Nhiệt kế thủy ngân 200°C , có vạch chia sai số tối đa $0,5^{\circ}\text{C}$.

2.4 Cốc mẫu

Cốc mẫu bằng kim loại hoặc thủy tinh hình trụ có đáy phẳng và kích thước bên trong của nó là: đường kính 55mm, sâu 35mm.

3. Chuẩn bị mẫu

Mẫu được khuấy và lắc đều hay làm ấm lên nếu cần.

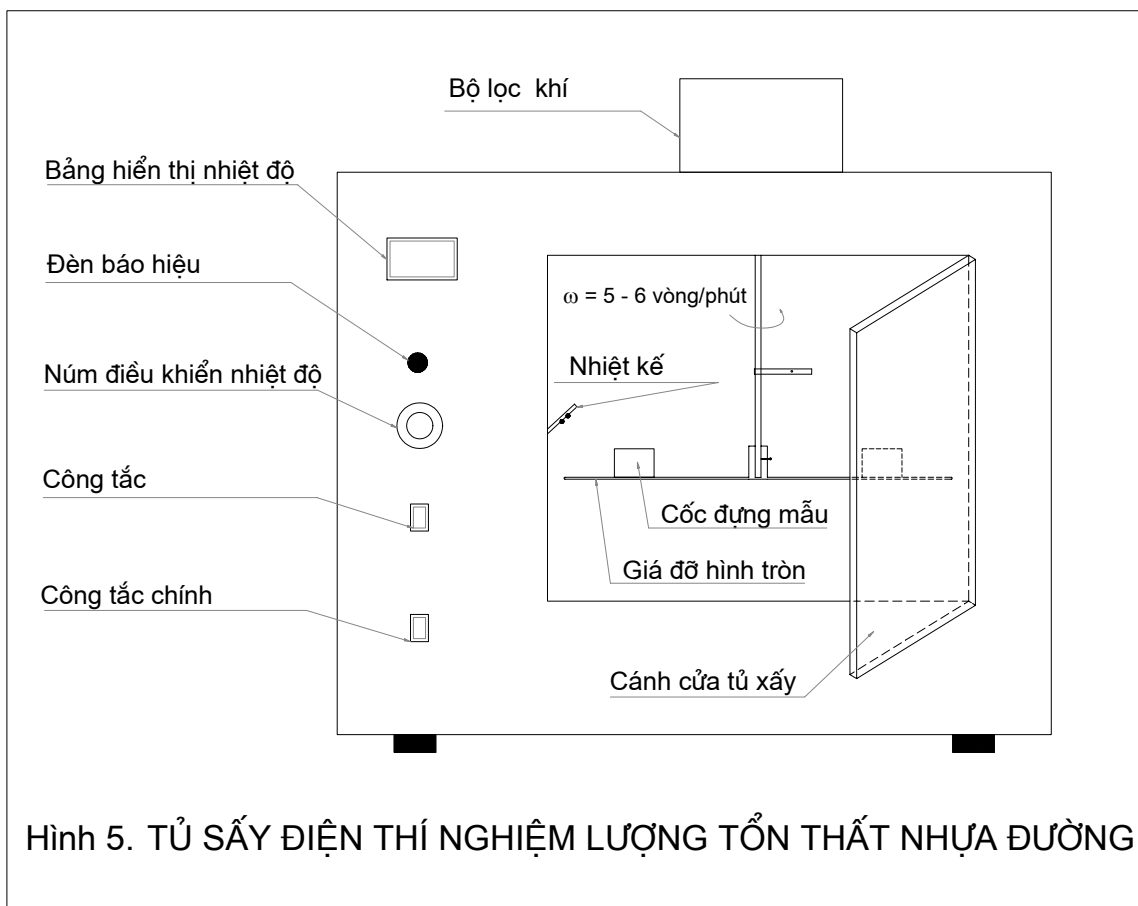
Kiểm tra mẫu thí nghiệm, nếu có lẫn nước, cần tách nước bằng phương pháp thích hợp trước khi thí nghiệm sự tổn thất trong quá trình đun nóng hoặc thay thế bằng những mẫu khác không có nước.

4. Thí nghiệm

Cân chính xác tới 0,01g khối lượng của hộp đựng mẫu (A). Cho 50g nhựa đường vào hộp đựng mẫu. Làm mát mẫu ở nhiệt độ trong phòng trước khi cân khối lượng ban đầu. Cân chính xác tới 0,01g khối lượng của cả mẫu và cốc mẫu (B). Gia nhiệt lò sấy đến 163°C . Đặt cốc mẫu vào giá quay trong lò sấy. Đóng cửa lò sấy và bật máy để giá chứa mẫu quay với tốc độ $5 \div 6$ vòng/phút. Giữ nhiệt độ ở $163 \pm 1^{\circ}\text{C}$ trong 5 giờ. Thời gian 5 giờ này bắt đầu tính từ khi nhiệt độ đạt tới 162°C và không được để mẫu trong lò sấy quá 15 phút (tổng cộng quá 5 giờ 15 phút).

Kết thúc giai đoạn sấy nóng, lấy mẫu từ trong lò sấy đưa ra làm mát mẫu ở nhiệt độ trong phòng. Cân chính xác tới 0,01g khối lượng của hộp và mẫu (C).

Xác định nhiệt độ bằng một nhiệt kế được đỡ bởi trụ của giá tròn, cách chu vi trong của giá 19mm, đáy của bầu nhiệt kế ở cách mặt giá treo khoảng 6mm.



5. Tính toán và báo cáo kết quả thí nghiệm

Lượng tổn thất sau khi đun nóng nhựa đường được tính toán theo công thức sau:

$$T = \frac{B - C - A}{B - A} 100, \%$$

Khi khối lượng tổn thất lớn hơn 5%, báo cáo kết quả thu được cần phải hiệu chỉnh theo bảng 4.

Bảng 4

TRỊ SỐ HIỆU CHỈNH TỔN THẤT KHỐI LƯỢNG CỦA NHỰA ĐƯỜNG KHI ĐUN NÓNG

Lượng tổn thất thí nghiệm được (%)	Trị số hiệu chỉnh	Số liệu báo cáo chính xác lượng tổn thất (%)
5,0	±0,50	4,50 ÷ 5,50
5,5	± 0,51	4,99 ÷ 6,01
6,0	± 0,52	5,48 ÷ 6,52
10	±0,60	9,40 ÷ 10,60
15	± 0,70	14,30 ÷ 15,70

Ghi chú:

- Để thí nghiệm kiểm tra các chỉ tiêu khác của nhựa đường sau khi đun nóng, phần nhựa đường còn lại sau thí nghiệm đun nóng này được giữ lại và sử dụng tùy theo các yêu cầu của tiêu chuẩn kiểm tra liên quan.
- Trong điều kiện bình thường, những mẫu có khoảng nhiệt độ bốc hơi giống như nhau có thể cùng được kiểm tra chung trong một lần thí nghiệm.
- Các mẫu có khoảng nhiệt độ bốc hơi khác nhau lớn phải được kiểm tra riêng.
- Khi độ chính xác đòi hỏi không cao, một mẫu vật liệu nên kiểm tra 1 lần.
- Kết quả thu được của các mẫu có dấu hiệu sủi bọt trong quá trình kiểm tra phải được loại bỏ.

6. TỶ LỆ ĐỘ KIM LÚN CỦA NHỰA ĐƯỜNG SAU KHI ĐUN Ở 163°C TRONG 5 GIỜ SO VỚI ĐỘ KIM LÚN Ở 25°C

Để xác định chỉ tiêu kỹ thuật này, cần thực hiện hai phương pháp thí nghiệm ghi trong tiêu chuẩn này là:

1. Phương pháp thí nghiệm xác định độ kim lún của nhựa đường
2. Phương pháp thí nghiệm lượng tổn thất sau khi đun nóng nhựa đường ở 163°C trong 5 giờ; sau đó giữ lại mẫu nhựa để xác định độ kim lún.

$$\text{Tỷ lệ độ kim lún của nhựa} = \frac{\text{Độ kim lún của nhựa sau khi đun}}{\text{Độ kim lún của nhựa ở 25°C}} \times 100\%$$

7. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH LƯỢNG HOÀ TAN CỦA NHỰA ĐƯỜNG TRONG TRICHLOROETHYLENE

1. Định nghĩa và phạm vi áp dụng

1.1 Lượng hoà tan của nhựa đường trong trichloroethylene, được tính bằng phần trăm, là tỷ số giữa khối lượng nhựa đường tan hết trong dung môi trichloroethylene và khối lượng nhựa ban đầu đưa vào dưới điều kiện thí nghiệm và thiết bị quy định dưới đây.

1.2 Cho mẫu nhựa đường có khối lượng biết trước hoà tan trong trichloroethylene rồi được lọc qua lưới lọc sợi thuỷ tinh. Thu phần vật liệu không hoà tan được của nhựa đường, rửa sạch, sấy và cân.

1.3 Phương pháp này là một phép đo độ hoà tan của nhựa đường đặc có ít hoặc không có chất khoáng. Phân hoà tan được trong Trichloroethylene biểu thị thành phần dính kết hữu hiệu của nhựa đường.

2. Dụng cụ và vật liệu

2.1 Bộ dụng cụ lọc bao gồm:

- Cốc nung được tráng men bên trong và bên ngoài trừ mặt ngoài của đáy. Kích thước của đường kính ở trên đầu phải bằng 44mm và đáy thót lại bằng 36mm độ sâu bằng 28mm. Xem hình 6.
- Lưới lọc bằng sợi thuỷ tinh 3.2cm.
- Bình lọc có dung tích 250ml hoặc 500 ml.
- Ống lọc có đường kính bên trong 40-42mm.
- Ống cao su hoặc bộ gá để giữ cho cốc ở trên ống lọc.
- *Bộ dụng cụ hút chân không thích hợp với cốc có thể được sử dụng.*

2.2 Bình chứa mẫu có dung tích 125ml.

2.3 Tủ sấy có khả năng cung cấp nhiệt độ $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

2.4 Bình hút ẩm.

2.5 Cân phân tích.

2.6 Dung dịch Trichloroethylene

Chú ý: Trichloroethylene là một chất độc nên khi thí nghiệm phải bố trí thông gió tốt.

3. Thí nghiệm

3.1 Đặt cốc nung trên tấm đệm bằng thuỷ tinh vào tủ sấy và sấy ở nhiệt độ $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 15 phút. Sau đó, để cốc nguội đi trong bình hút ẩm và đem cân chính xác đến 0.1mg. Giữ cốc trong bình hút ẩm cho đến khi sử dụng.

3.2 Chuẩn bị mẫu:

Nếu mẫu ở trạng thái đặc thì phải gia nhiệt làm lỏng nhựa đường nhưng không được cao hơn 111°C so với nhiệt độ hoá mềm. Thông thường, nhiệt độ để tiến hành thí nghiệm này không phải là cực hạn và nó có thể được tiến hành ở nhiệt độ không khí trong phòng thí nghiệm Tuy nhiên, đối với phép thử tiêu chuẩn, bình và mẫu ở trạng thái dung dịch phải được đặt trong thùng nước ổn nhiệt $38 \pm 0,25^{\circ}\text{C}$ trong một giờ trước khi thí nghiệm lọc.

3.3 Chuyển khoảng 2g mẫu sang bình chứa mẫu đã cân bì. Để nguội bình và mẫu đến nhiệt độ của môi trường và cân chính xác tới 1mg.

3.4 Cho 100ml Trichloroethylene vào bình từng lượng nhỏ và khuấy liên tục (lắc) cho đến khi mẫu tan hết, không còn mẫu dính vào bình. Kiểm tra vật liệu không được hoà tan ít nhất 15 phút.

3.5 Đặt cốc nung đã chuẩn bị và cân trước vào trong một ống lọc. Làm ướt lưới lọc sợi thuỷ tinh bằng Trichloroethylene rồi gạn dung dịch (nhựa đường+trichloroethylene) qua lưới lọc sợi thuỷ tinh của cốc nung. *Có thể có hoặc không sử dụng bơm hút chân không.*

Khi dung dịch đã được chảy (hút) cạn qua lưới lọc, rửa bình chứa bằng một lượng nhỏ dung môi. Chuyển tất cả chất không hòa tan vào cốc nung. Tráng kỹ bình chứa, rửa chất không hòa tan trong cốc nung bằng dung môi cho đến khi chất lọc được thực tế không có màu, sau đó hút mạnh để lấy đi dung môi còn sót lại.

Lấy cốc nung ra khỏi ống, rửa sạch đáy cốc và đặt cốc nung lên đầu một tủ sấy hoặc trên bể hơi nước cho đến khi hết hoàn toàn mùi Trichloroethylene.

Đặt cốc vào một tủ sấy ở nhiệt độ $110^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 20 phút, để nguội trong bình hút ẩm 30 ± 5 phút và cân. Thao tác sấy được lặp lại cho đến khi trọng lượng coi như không đổi (sai số $\pm 0,3\text{mg}$).

Các lưới lọc chỉ được dùng một lần.

4. Tính toán và báo cáo kết quả thí nghiệm

4.1 Tính toán lượng hoà tan (%) từ lượng không hoà tan (%) của mẫu mẫu nhựa đường trong dung môi như sau:

$$\text{Lượng không hoà tan} = a/b \times 100 (\%).$$

$$\text{Lượng hoà tan} = 100 - [a/b \times 100] (\%).$$

Trong đó : a - lượng không hoà tan, gam;

b - tổng lượng mẫu, gam.

4.2 Đối với trường hợp trị số không hoà tan nhỏ hơn 1%, báo cáo chính xác tới 0,01%; đối với trường hợp trị số không hoà tan bằng 1% hoặc lớn hơn, báo cáo chính xác là 0,1%.

8. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH TỶ TRỌNG VÀ KHỐI LƯỢNG RIÊNG CỦA NHỰA ĐƯỜNG

1. Định nghĩa, phạm vi áp dụng

1.1 Tỷ trọng của nhựa đường là tỷ số giữa khối lượng của nhựa đường và khối lượng của nước có cùng một thể tích bằng nhau và ở nhiệt độ như nhau 25°C hoặc $15,6^{\circ}\text{C}$.

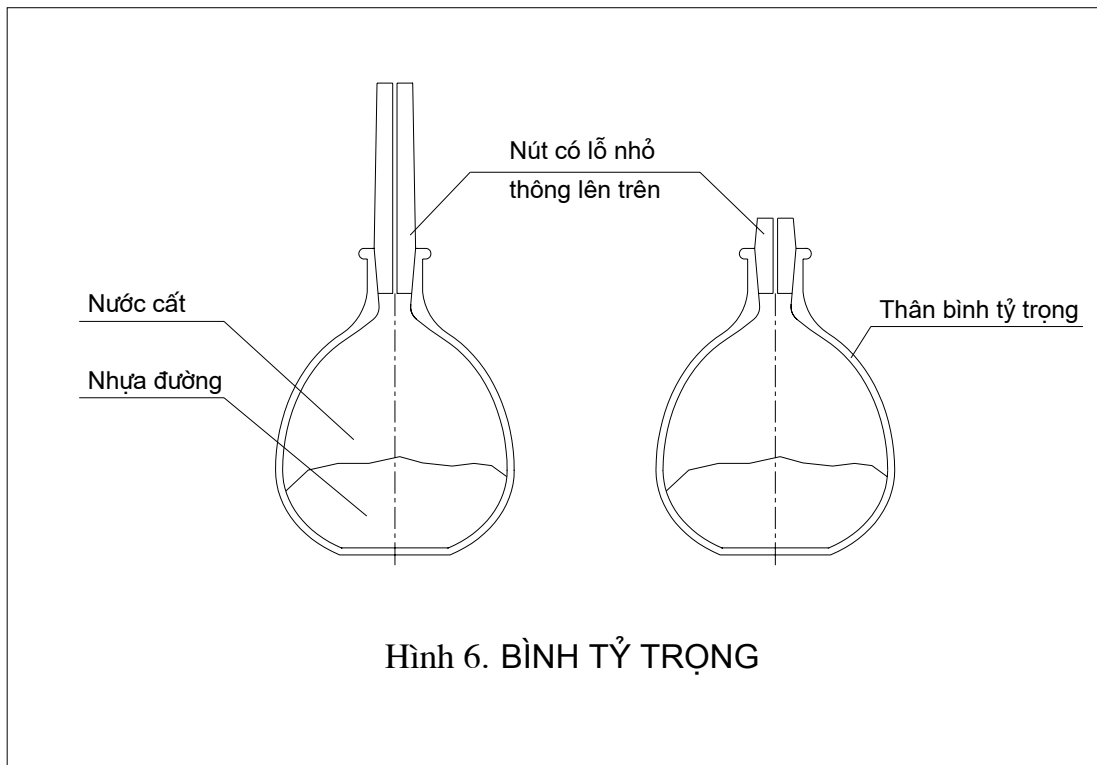
1.2 Khối lượng riêng của nhựa đường là khối lượng của nhựa đường trong một đơn vị thể tích ở nhiệt độ 25°C hoặc $15,6^{\circ}\text{C}$. Đơn vị là g/cm^3 .

1.3 Phương pháp này dùng để xác định tỷ trọng và khối lượng riêng của nhựa đường bằng dụng cụ bình tỷ trọng (pycnometer).

2. Thiết bị

2.1. Bình tỷ trọng:

Bình thủy tinh chịu nhiệt dạng hình trụ hoặc hình côn có nút thủy tinh đường kính 22-26mm đáy kín. Bình thủy tinh có cả nút nặng không quá 40g và có dung tích từ 24 đến 30ml. Xem hình 6.



Hình 6. BÌNH TỶ TRỌNG

2.2. Chậu nước ổn nhiệt:

Chậu có thể duy trì được nhiệt độ thí nghiệm với độ chính xác đến $0,1^{\circ}\text{C}$.

2.3 Nhiệt kế:

Nhiệt kế thủy tinh $60^{\circ}\text{C} - 70^{\circ}\text{C}$, có vạch chia sai số tối đa $0,1^{\circ}\text{C}$.

2.4 Cốc thủy tinh:

Cốc thủy tinh có dung tích 600ml để chứa nước cất.

2.5 Nước cất đã khử Ion.

3. Chuẩn bị dụng cụ

3.1 Đổ nước cất vào cốc thủy tinh 600ml một lượng sao cho khi ngâm bình tỷ trọng vào cốc thì nước cất ngập bình ít nhất là 40mm.

3.2 Ngâm cốc thủy tinh vào chậu nước ổn nhiệt với mức nước trong chậu sao cho thấp hơn mặt cốc và đáy của cốc thủy tinh ngập ở độ sâu lớn hơn 100mm. Kẹp cố định cốc thủy tinh.

3.3 Giữ nhiệt độ của chậu nước với sự chênh lệch không quá $0,1^{\circ}\text{C}$ so với nhiệt độ thí nghiệm.

4. Hiệu chỉnh bình tỷ trọng

4.1 Lau sạch và làm khô bình tỷ trọng, cân bình tỷ trọng có cả nút chính xác đến 1mg. Gọi trị số đọc đó là A.

4.2 Nhấc cốc thủy tinh khỏi chậu nước. Đổ nước cất hoặc nước khử Ion vào đầy bình tỷ trọng và đẩy nhẹ nút thủy tinh vào bình tỷ trọng. Đặt toàn bộ bình tỷ trọng vào trong cốc và đẩy chắc chắn nút bình lại. Chuyển cốc có chứa bình tỷ trọng vào chậu nước.

4.3 Giữ bình tỷ trọng trong nước với thời gian không ít hơn 30 phút. Nhấc bình tỷ trọng ra, ngay lập tức lau khô đỉnh của nút và xung quanh bình bằng khăn khô, cân bình tỷ trọng có chứa nước cất với độ chính xác đến 1mg. Gọi trị số đọc đó là B.

Chú ý:

1. Việc hiệu chỉnh chỉ tương ứng với một nhiệt độ nhất định
2. Chỉ lau khô đỉnh của nút 1 lần.

5. Tiến hành thí nghiệm

5.1. Chuẩn bị mẫu nhựa đường

Đun mẫu nhựa đường cẩn thận, khuấy đều để tránh nóng cục bộ và khử bọt khí. Đun cho đến khi nhựa đường đủ lỏng để có thể rót vào bình nhưng không quá 111°C so với nhiệt độ hoá mềm của nhựa và không lâu quá 30 phút.

5.2. Rót nhựa đường

Rót nhựa đường lỏng vào trong bình tỷ trọng khô, sạch, ấm khoảng 3/4 dung tích của bình rồi đẩy nút lại.

Chú ý: Không để cho nhựa đường dính vào thành bình phía trên kể từ bề mặt phần nhựa rót vào, và không để tạo bọt trong nhựa đường.

5.3 Duy trì nhiệt độ thí nghiệm cho bình tỷ trọng có chứa nhựa đường trong thời gian lớn hơn 40 phút. Cân bình tỷ trọng có chứa nhựa đường cả nút chính xác đến 1mg. Gọi trị số đọc đó là C.

5.4 Nhấc cốc thủy tinh khỏi chậu nước. Mở nút bình tỷ trọng có chứa nhựa đường, rót nước cất vào đầy, đẩy nhẹ nút lại và tránh tạo bọt khí trong bình. Cho bình tỷ trọng trở lại cốc và ấn chặt nút bình. Chuyển toàn bộ cốc có chứa bình tỷ trọng vào trong chậu nước.

5.5 Duy trì nhiệt độ thí nghiệm cho bình tỷ trọng có chứa nhựa đường trong chậu nước với thời gian lớn hơn 30 phút. Nhấc bình tỷ trọng ra, lau khô như ở 4.3 và cân chính xác đến 1mg. Gọi trị số đọc đó là D.

6. Tính toán

6.1 Tỷ trọng của nhựa đường

$$\Delta_{nd} = \frac{C - A}{(B - A) - (D - C)}$$

Trong đó:

A - khối lượng của bình tỷ trọng rỗng và nút;

B - khối lượng của bình tỷ trọng chứa đầy nước;

C - khối lượng của bình tỷ trọng chứa nhựa đường;

D - khối lượng của bình tỷ trọng có chứa nhựa đường và nước.

6.2 Khối lượng riêng nhựa đường, g/cm³.

$$\gamma_{nd} = \Delta_{nd} \times \gamma_n$$

Trong đó: γ_n - khối lượng riêng của nước, lấy theo bảng 5.

Bảng 5

KHỐI LƯỢNG RIÊNG CỦA NƯỚC

Nhiệt độ thí nghiệm	Khối lượng riêng của nước (g/cm ³)
15,6°C	0,9990
25°C	0,9971

7. Báo cáo kết quả thí nghiệm

7.1 Tỷ trọng và khối lượng riêng của nhựa đường được tính toán vào báo cáo chỉ tiêu đến 3 số sau dấu phẩy ở nhiệt độ thử nghiệm 25°C hoặc 15,6 °C.

7.2 Kết quả thí nghiệm giữa 2 mẫu của một người thí nghiệm có độ chênh lệch không được vượt quá trị số sau:

- Thí nghiệm ở nhiệt độ 25°C thì chênh lệch không quá 0,002;
- Thí nghiệm ở nhiệt độ 15,6°C thì chênh lệch không quá 0,003.

9. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH ĐỘ DÍNH BÁM CỦA NHỰA ĐƯỜNG VỚI ĐÁ

1. Định nghĩa, phạm vi áp dụng

1.1 Phương pháp mô tả dưới đây dùng để xác định khả năng dính bám của nhựa đường đối với đá thông qua việc xác định cấp độ dính bám của nhựa đường đối với đá sau khi đun trong nước sôi 10 phút.

1.2 Đây là một chỉ tiêu tương đối tổng hợp phản ánh trực tiếp khả năng dính bám của nhựa đường đối với đá, phụ thuộc vào không những chất lượng của nhựa đường mà cả chất lượng của đá dăm.

2. Thiết bị thí nghiệm

- Cốc mỏ 1000ml.
- Bếp điện hoặc ga
- Đồng hồ bấm giây
- Tủ sấy
- Chổi buộc
- Giá treo mẫu.

3. Chuẩn bị mẫu

Mẫu nhựa đường dùng trong thí nghiệm.

Chọn khoảng 20 viên đá dăm có kích cỡ 30-40mm, rửa sạch bằng nước.

4. Thí nghiệm

- Sấy khô 10 viên đá ở 105°C tới khi ổn định khối lượng.
- Buộc dây vào từng viên đá và đưa vào tủ sấy ở nhiệt độ làm việc của nhựa đường dùng thí nghiệm trong khoảng thời gian 60 phút. Nhiệt độ làm việc tùy thuộc vào cấp độ kim lún của nhựa đường, đối với loại nhựa 60 / 70 là 120-125°C, loại nhựa 40 / 60 là 130-135°C.
- Nhúng từng viên đá vào vào nhựa đường cũng đã được đun nóng tới nhiệt độ làm việc. Thời gian nhúng 15 giây.
- Treo những viên đá đã nhúng nhựa lên giá treo trong 15 phút để nhựa thừa chảy bớt và đá nguội đi ở điều kiện trong phòng thí nghiệm.
- Nhúng từng viên đá vào cốc mở có nước cất đun sôi trong 10 phút ± 15 giây. Trong thời gian nước sôi, viên đá không được chạm vào thành cốc.
- Nhấc các viên đá ra và quan sát ngay từng viên, đánh giá độ dính bám của nhựa trên mặt viên đá theo 5 cấp quy định.

5. Báo cáo kết quả thí nghiệm

- Độ dính bám của nhựa với đá được đánh giá theo 5 cấp như sau:
 - +) Cấp 5 – dính bám rất tốt: Màng nhựa còn lại đầy đủ bao bọc toàn bộ bề mặt viên đá.
 - +) Cấp 4 – dính bám tốt: Màng nhựa lẫn vào nước sôi không đáng kể, độ dày mỏng của nhựa còn lại trên mặt đá không đều nhưng không lộ đá.
 - +) Cấp 3 – dính bám trung bình: Cá biệt từng chỗ trên mặt đá màng nhựa bị bong nhưng nói chung bề mặt vẫn giữ được màng nhựa.
 - +) Cấp 2 – dính bám kém: Màng nhựa bong ra và lẫn vào nước, mặt đá dăm không dính với nhựa nhưng nhựa chưa nổi lên mặt nước.
 - +) Cấp 1 – dính bám rất kém: Màng nhựa bong ra khỏi viên đá và lẫn hoàn toàn vào nước, mặt đá dăm sạch, toàn bộ nhựa nổi lên mặt nước.
- Độ dính bám của mẫu nhựa đường với đá được xác định theo trị số trung bình độ dính bám của 10 viên đá được dùng trong thí nghiệm.

6. Sử dụng phụ gia tăng khả năng dính bám

- Có thể sử dụng các loại phụ gia cho nhựa đường nhằm tăng khả năng dính bám của nhựa đường đối với đá.
- Nội dung thí nghiệm và đánh giá khả năng dính bám của nhựa đường có phụ gia đối với đá cũng được tiến hành như trên. Kết quả báo cáo cần ghi rõ chủng loại và liều lượng phụ gia đã dùng trong thí nghiệm.

**10. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG PARAPHIN TRONG NHỰA ĐƯỜNG
(theo DIN - 52015)**

1. Định nghĩa và phạm vi áp dụng

1.1 Phương pháp thí nghiệm này được sử dụng để xác định hàm lượng Paraphin chứa trong nhựa đường.

1.2 Lượng Paraphin trong nhựa đường bao gồm các hydrocacbon kết tinh trong hỗn hợp ete/ethanol ở âm 20°C thu được tuân theo một trình tự thí nghiệm tiêu chuẩn dưới đây và có điểm nóng chảy trên 25°C.

2. Dụng cụ, thiết bị và thuốc thử

1. Cân, có độ chính xác tới $\pm 5\text{mg}$.
2. Cân, có độ chính xác tới $\pm 0.5\text{mg}$.
3. Tủ sấy có thể đạt tới nhiệt độ 150°C hoặc cao hơn.
4. Nhiệt kế các loại.
5. Đèn cấp nhiệt (bunsen).
6. Bồn làm lạnh.
7. Bộ chưng cất bao gồm: bình chưng và bình ngưng được nối với nhau bằng ống dẫn thuỷ tinh xuyên qua nút Lie đáy kín. *Xem hình 7.*
8. Thấu thuỷ tinh (bình giữ khô).
9. Bình lọc 500ml và bộ hút chân không.
10. Chậu (khay) bay hơi
11. Phễu.
12. Miếng lọc hình tròn đặt vào phễu.
13. Bình rửa bằng thuỷ tinh có vòi phun, dung tích 500ml.
14. Thuốc đo trụ.
15. Ete khan.
16. Ethanol nguyên chất.
17. Cồn ký thuật.
18. Dầu tiêu chuẩn FAM, phù hợp với tiêu chuẩn DIN 51 635.
19. Acetone.
20. Nước đá.
21. Dioxide cacbone thể rắn.

3. Trình tự thí nghiệm

3.1 Rót khoảng $25 \pm 1\text{g}$ nhựa đường đã được đun chảy lỏng vào trong bình chưng và cân chính xác tới 10mg (ký hiệu là mB). Lắp đặt hệ thống chưng cất bao gồm: đèn bunsen với lưới tản nhiệt, bình chưng, bình ngưng, bồn làm lạnh, ống dẫn thuỷ tinh và nút Lie. Đèn bunsen đặt cách đáy bình chưng cất 150mm. Bình ngưng được nhúng sâu vào trong hỗn hợp nước và đá làm lạnh. *Xem hình 7.*

3.2 Nung nóng bình chưng cất bằng ngọn lửa đèn bunsen. Điều chỉnh ngọn lửa sao cho giọt chưng cất đầu tiên được tạo ra sau 3 đến 5 phút. Tiếp tục quan sát và điều chỉnh ngọn lửa để khống chế tốc độ chưng cất: cứ mỗi giây lại có một giọt từ ống dẫn rơi xuống bình ngưng. Khi không còn giọt nào nữa rơi ra trong khoảng 10 giây, tiếp tục duy trì ngọn lửa nhỏ khoảng vài phút đến khi bình chưng cất rục rỏ thì dừng lại. Toàn bộ quá trình chưng cất diễn ra không quá 15 phút.

3.3 Sau khi chưng cất, hâm ấm đồng thời lắc nhẹ bình ngưng để chất chưng cất được đồng đều và làm nguội bình ngưng. Chú ý: không được chuyển chất ngưng tụ còn sót lại trong ống dẫn vào bình ngưng.

3.4 Đem cân chất chưng cất được trong bình ngưng với độ chính xác tới 10mg (ký hiệu là mD). Lấy một lượng sản phẩm chưng cất khoảng 2-4g, cân chính xác tới ± 5 mg (ký hiệu là mE) cho vào trong ống nghiệm để thí nghiệm tiếp theo.

3.5 Hoà tan lượng chất chưng cất trong ống nghiệm trên (lượng mE) bằng 25 ± 1 ml ete, sau đó cho thêm vào ống nghiệm 25 ± 1 ml ethanol. Đậy kín ống nghiệm bằng nút có nhiệt kế xuyên qua (để đo nhiệt độ dung dịch) và đặt ống nghiệm này vào một bồn làm lạnh. Nước trong bồn được làm lạnh bằng cách cho thêm Dioxide carbon thể rắn dạng hạt nhỏ. Để đảm bảo giữ được nhiệt độ của mẫu thí nghiệm ở âm 20°C thì nhiệt độ nước trong bồn làm lạnh cần hạ xuống tới khoảng âm $22 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

3.6 Chuẩn bị 20ml hỗn hợp ete và ethanol với tỉ lệ 1:1 trong bình rửa có vòi phun để làm chất rửa ống nghiệm. Đem nhúng bình rửa này vào trong bồn làm lạnh để hạ nhiệt độ xuống âm $20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$.

3.7. Đặt phễu có một miếng lọc hình tròn vào trong bồn làm lạnh. Đổ nhanh chất chưng cất đã kết tinh trong ống nghiệm ở âm $20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ vào phễu lọc. Dùng chất rửa đã làm lạnh ở nhiệt độ là âm $20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ để rửa ống nghiệm và để rửa chất kết tinh nằm trên bộ lọc. Chia đều chất rửa cho 3 lần rửa. Hỗ trợ cho quá trình lọc bằng một quá trình hút nhẹ với áp suất chân không không nhỏ hơn 50mbar. Nhiệt độ của mẫu được giữ không đổi ở âm $20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ trong suốt quá trình lọc. Xem hình 8.

3.8 Ngay khi quá trình lọc ngừng lại, dùng panh để lấy miếng lọc ra, và đặt nó vào trong 1 cái phễu đặt trên 1 khay bay hơi. Cân toàn bộ khay chính xác tới 0.5mg. Hoà tan lượng paraffin tinh chế lưu trên miếng lọc bằng cách phun cẩn thận dầu nóng FAM tiêu chuẩn lên nó. Những lượng paraffin còn dính trên nhiệt kế hoặc thành ống nghiệm cũng được gom lại và hoà tan theo cách trên.

3.9 Làm bay hơi hỗn hợp paraffin tinh chế ở khay bay hơi bằng cách đặt nó trên một bồn nước và thổi một luồng khí nhẹ trên mặt khay để tránh không cho paraffin tinh chế còn lỏng tràn ra. Phần còn lại sau quá trình bay hơi được làm khô ở trong tủ sấy ở nhiệt độ $125 \pm 5^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 15 ± 1 phút. Lấy paraffin tinh chế ra, để nguội đến khi gần đặc quánh thì hoà tan nó với 15ml acetone bằng cách hơi nóng nhẹ và lắc cẩn thận khay bay hơi.

3.10 Nhúng khay có chứa dung dịch acetone/paraphin vào trong bồn nước ổn nhiệt ở $15 \pm 0.5^\circ\text{C}$ và tiến hành lọc để tách lượng paraphin kết tinh ra. Quá trình lọc tương tự như khi tiến hành lọc dung dịch paraphin/Ete/Ethanol. Rửa khay, nhiệt kế và bộ lọc vài lần bằng $30 \pm 1\text{ml}$ acetone đã chuẩn bị trước ở $15 \pm 0.5^\circ\text{C}$. Phun cẩn thận dầu nóng FAM tiêu chuẩn lên lượng paraphin tinh chế được ở trên để hoà tan chúng, rồi chứa chúng trong bồn bay hơi đã sử dụng ở trên. Sau đó cho chất lỏng thu được bay hơi trong điều kiện có 1 luồng khí nhẹ ở trên bồn nước.

3.11 Làm khô toàn bộ lượng paraphin kết tinh thu được ở trên bằng cách để chúng vào tủ sấy ở nhiệt độ $125 \pm 5^\circ\text{C}$ trong khoảng 15 ± 1 phút. Sau khi làm nguội chúng trong bình giữ khô, cân xác định khối lượng với độ chính xác tới 0.5mg (gọi là khối lượng mA). Nếu khối lượng (mA) không nằm trong khoảng 50 tới 100 mg phải tiến hành lại thí nghiệm bằng cách thay đổi lượng chưng cất ban đầu (mE).

3.12 Xác định điểm đông đặc của paraphin bằng nhiệt kế xoay, phù hợp với tiêu chuẩn DIN 51 556 và báo cáo kết quả thí nghiệm.

4. Tính toán và báo cáo kết quả thí nghiệm

4.1 Tính hàm lượng paraphin trong mỗi mẫu thí nghiệm theo phần trăm khối lượng (%) theo công thức sau:

$$C = \frac{mD \times mA}{mB \times mE} \times 100, \%$$

Trong đó:

C - hàm lượng paraphin, (%);

mB - khối lượng mẫu ban đầu đem chưng cất, (g);

mD - khối lượng sản phẩm thu được sau chưng cất, (g);

mE - khối lượng sản phẩm chưng cất đem thí nghiệm tiếp để tách paraphin, (g);

mA - khối lượng paraphin thu được, (g).

4.2 Nếu kết quả thu được từ hai mẫu thí nghiệm không khác nhau quá 0.3% khối lượng thì lấy giá trị trung bình của kết quả hai mẫu. Ngược lại, cần tiến hành thí nghiệm 1 mẫu thứ 3 có khối lượng nhựa đường là 25g và lấy trị số trung bình của hai kết quả gần nhau nhất nhưng với điều kiện kết quả của 2 mẫu này cũng không được chênh lệch nhau quá 0.3% khối lượng. Nếu kết quả của 2 mẫu thí nghiệm đầu cùng chênh lệch đều về hai phía so kết quả của mẫu thứ ba thì lấy kết quả của mẫu thứ 3.

4.3 Nếu không thể thu được giá trị trung bình từ 3 mẫu thí nghiệm trên trong những điều kiện xác định (điều kiện 4.2 không thoả mãn) thì loại bỏ cả kết quả của 3 mẫu đó và tiến hành lại với 2 mẫu thí nghiệm mới.

4.4 Giá trị hàm lượng paraphin tính bằng phần trăm khối lượng, lấy đến 1 số thập phân.

5. Độ chính xác

Những đặc điểm sau được sử dụng để đánh giá độ tin cậy của kết quả:

- Nếu cùng 1 người tiến hành lặp lại thí nghiệm trên cùng 1 bộ thiết bị trong cùng 1 điều kiện thì kết quả hai lần thí nghiệm phải không chênh lệch nhau quá 0.3% .

- Nếu hai thí nghiệm được tiến hành độc lập trong hai phòng thí nghiệm khác nhau thì kết quả hai thí nghiệm phải không chênh lệch nhau quá 1.0%.



PHỤ LỤC A

DANH MỤC CÁC PHÉP THÍ NGHIỆM TƯƠNG ĐƯƠNG

TT	22 TCN - 27 - 01	CÁC PHÉP THÍ NGHIỆM TƯƠNG ĐƯƠNG
1	Phương pháp thí nghiệm xác định độ kim lún của nhựa đường	ASTM D5; AASHTO T49
2	Phương pháp thí nghiệm xác định độ kéo dài của nhựa đường	ASTM D113; AASHTO T51
3	Phương pháp thí nghiệm xác định nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường trong ethylene glycol	AASHTO T53-89
4	Phương pháp thí nghiệm xác định nhiệt độ bắt lửa, nhiệt độ bốc cháy của nhựa đường	ASTM D92; AASHTO T48
5	Phương pháp thí nghiệm xác định lượng tổn thất sau khi đun nóng nhựa đường	ASTM D6; AASHTO T47
6	Tỷ lệ độ kim lún của nhựa đường sau khi đun ở 163°C trong 5 giờ so với độ kim lún ở 25°C	ASTM D6 / ASTM D5
7	Phương pháp thí nghiệm xác định lượng hoà tan của nhựa đường trong trichloroethylene	ASTM D2042; AASHTO T44
8	Phương pháp thí nghiệm xác định tỷ trọng và khối lượng riêng của nhựa đường	ASTM D70; AASHTO T228
9	Phương pháp thí nghiệm xác định độ dính bám của nhựa đường với đá	ASTM D3625; ΓOCT11508
10	Phương pháp thí nghiệm xác định lượng Paraphin trong nhựa đường	DIN-52015

PHỤ LỤC B

LỰA CHỌN MÁC NHỰA ĐƯỜNG DÙNG CHO MỤC ĐÍCH XÂY DỰNG ĐƯỜNG BỘ (THAM KHẢO)

STT	MỤC ĐÍCH SỬ DỤNG	MÁC NHỰA ĐƯỜNG				
		40/60	60/70	70/100	100/150	150/250
1	Bê tông nhựa rải nóng:					
	- Lớp trên	?	+	?	-	-
	- Lớp dưới	?	+	+	?	-
2	Bê tông nhựa rải ấm	-	-	-	?	+
3	Mặt, móng đường láng nhựa, thấm nhập nhựa, đá trộn nhựa	+	+	?	-	-
4	Bê tông nhựa đúc	-	-	-	-	-
5	Sản xuất nhũ tương	-	+	+	?	?
6	Sản xuất nhựa pha dầu	-	+	+	+	?
7	Chế tạo Mastic chèn khe	+	?	-	-	-

Ký hiệu: + : Thích hợp;
 ? : Ít thích hợp;
 - : Không thích hợp.

MỤC LỤC

<i>TT</i>	<i>Nội dung</i>	<i>Trang</i>
I	Qui định chung	1
II	Yêu cầu kỹ thuật	1
III	Các phương pháp thí nghiệm	
1	Phương pháp thí nghiệm xác định độ kim lún của nhựa đường	4
2	Phương pháp thí nghiệm xác định độ kéo dài của nhựa đường	8
3	Phương pháp thí nghiệm xác định nhiệt độ hoá mềm của nhựa đường (Phương pháp vòng bi)	12
4	Phương pháp thí nghiệm xác định nhiệt độ bắt lửa , nhiệt độ bắt cháy của nhựa đường	14
5	Phương pháp thí nghiệm xác định lượng tổn thất sau khi đun nóng nhựa đường	15
6	Tỷ lệ độ kim lún của nhựa đường sau khi đun ở 163°C trong 5 giờ so với độ kim lún ở 25°C	19
7	Phương pháp thí nghiệm xác định lượng hoà tan của nhựa đường trong Trichloroethylene	19
8	Phương pháp thí nghiệm xác định tỷ trọng và khối lượng riêng của nhựa đường	21
9	Phương pháp thí nghiệm xác định độ dính bám của nhựa đường với đá	24
10	Phương pháp thí nghiệm xác định hàm lượng Paraphin trong nhựa đường	26
	Phụ lục A	31
	Phụ lục B	32