

## Bitum – Phương pháp xác định độ hoà tan trong tricloetylen

*Bitumen – Test method for solubility in trichloroethylene*

### 1 Phạm vi áp dụng

**1.1** Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ hoà tan của bitum có chứa ít hoặc không có vật liệu khoáng trong tricloetylen.

CHÚ THÍCH 1: Không nên sử dụng các chất như cacbon đisulfua, cacbon tetraclorea và benzen trong phương pháp này vì lý do độc hại. Không áp dụng phương pháp này cho các loại nhựa hắc ín và các cặn chưng cất của nó hoặc các sản phẩm dầu mỏ cracking cao. Các phương pháp áp dụng cho nhựa hắc ín, các sản phẩm dầu mỏ cracking cao hoặc việc sử dụng các dung môi, xem ASTM D 4, D 2318 và D 2764.

**1.2** Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khoẻ cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng. Các qui định riêng được nêu trong điều 7.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

ASTM D 4 Test method for bitumen content (Phương pháp xác định hàm lượng bitum).

ASTM D 2318 Test method for quinoline-insoluble (QI) content of tar and pitch (Phương pháp xác định hàm lượng không tan (QI) của nhựa hắc ín).

ASTM D 2764 Test method for dimethylformamide-insoluble (DMF-I) content of tar and pitch (Phương pháp xác định hàm lượng không tan đimetylformamit của nhựa hắc ín).

## TCVN 7500 : 2005

ASTM E 177 Practice for the use of the terms precision and bias in ASTM test methods (Hướng dẫn sử dụng độ chụm và độ lệch trong các phương pháp thử ASTM).

AASHTO T 44 Solubility of bituminous materials in organic solvents (Độ hoà tan của bitum trong các dung môi hữu cơ).

### 3 Tóm tắt phương pháp

3.1 Mẫu thử được hoà tan trong tricloetylen và lọc qua lưới sợi thuỷ tinh. Phần không tan được rửa, sấy khô và cân.

### 4 Ý nghĩa và ứng dụng

4.1 Phương pháp này là một phép đo độ hoà tan của bitum trong tricloetylen. Phần tan trong tricloetylen là chất kết dính.

### 5 Thiết bị thử và vật liệu

5.1 Bộ thiết bị lọc được mô tả trên Hình 1. Các chi tiết bao gồm:

5.1.1 **Cốc Gooch** (cốc thử), được tráng men cả mặt trong và mặt ngoài trừ đáy, phần đỉnh cốc có đường kính bằng 44 mm, phần đáy thon lại còn 36 mm và chiều cao của cốc bằng từ 24 mm đến 28 mm.

5.1.2 **Lưới sợi thuỷ tinh**, 3,2 cm.

5.1.3 **Bình lọc**, thành dày, có ống nhánh, dung tích 250 ml hoặc 500 ml.

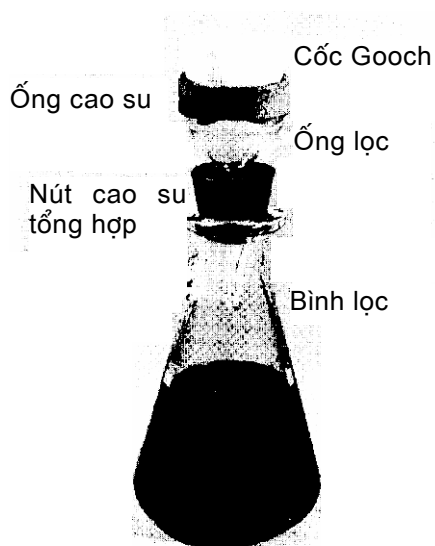
5.1.4 **Ống lọc**, có đường kính trong từ 40 mm đến 42 mm.

5.1.5 **Ống cao su** hoặc **bộ gá**, để giữ cốc trong ống lọc.

CHÚ THÍCH 2: Cũng có thể dùng bình lọc chân không phù hợp với cốc thử.

5.1.6 **Bình Erlenmeyer**, 125 ml.

5.1.7 **Tủ sấy**, có khả năng duy trì nhiệt độ ở  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



Hình 1 □ Bộ thiết bị lọc

## 6 Hoá chất

### 6.1 Tricloetylen, cấp kỹ thuật.

## 7 Các chú ý về an toàn

7.1 Tricloetylen độc, sử dụng nơi thoáng khí, chất này dễ bắt lửa hơn so với cacbon tetracloerua.

## 8 Chuẩn bị cốc thử

8.1 Đặt cốc thử và lưới lọc vào tủ sấy có nhiệt độ  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong 15 phút, sau đó để nguội trong bình hút ẩm và đem cân chính xác đến 0,1 mg. Khối lượng này được ký hiệu là A. Sau đó giữ trong bình hút ẩm cho đến khi sử dụng.

## 9 Chuẩn bị mẫu thử

9.1 Nếu mẫu chưa đủ lỏng, gia nhiệt thêm nhưng không được vượt quá  $111\text{ }^{\circ}\text{C}$  so với nhiệt độ hoá mềm. Thông thường không qui định nhiệt độ phép thử, nhưng có thể lấy bằng nhiệt độ không khí trong phòng thử nghiệm. Tuy nhiên đối với các phép thử trọng tài, bình đựng dung dịch mẫu được đặt trong bể ổn nhiệt tại  $37,8\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong vòng 1 giờ, trước khi tiến hành lọc.

## 10 Cách tiến hành

**10.1** Chú ý các qui định về an toàn ở điều 7. Chuyển khoảng 2 g mẫu vào bình Erlenmeyer có dung tích 125 ml hoặc vật chứa phù hợp khác. Để mẫu nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó cân chính xác đến 1 mg, khối lượng này được ký hiệu là B. Lấy 100 ml tricloetylen rồi cho vào từng ít một và lắc liên tục đến tan hết, không còn mẫu bám vào bình. Đậy nắp bình và để yên ít nhất 15 phút (xem điều 7).

**10.2** Đặt cốc thử đã chuẩn bị và cân trước đó vào ống lọc. Dùng một ít tricloetylen làm ẩm lưới lọc và gạn dung dịch qua lưới này của cốc, nếu cần có thể hút nhẹ. Khi thấy phần chưa tan còn nhiều thì giữ trong bình cho đến khi dung dịch tan và chảy hết qua lưới lọc. Dùng một ít dung môi rửa bình và chuyển toàn bộ phần chưa tan sang cốc. Nếu cần có thể dùng □bông□ để lau toàn bộ phần chưa tan dính vào bình. Rửa bông cẩn thận. Rửa phần chưa tan trong cốc chứa dung môi cho đến khi không còn màu, sau đó chặt mạnh để đẩy nốt phần dung môi. Lấy cốc ra khỏi ống lọc, rửa đáy cốc sau đó đặt lên đỉnh tủ sấy hoặc bể hơi nước cho đến khi không còn mùi tricloetylen (xem qui định về an toàn trong điều 7). Đặt cốc vào tủ sấy tại nhiệt độ  $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong vòng ít nhất 20 phút. Làm lạnh cốc trong bình hút ẩm trong khoảng  $30\text{ phút} \pm 5\text{ phút}$ , sau đó cân chính xác đến 0,1 mg. Lặp lại thao tác sấy và cân đến khối lượng không đổi ( $\pm 0,3\text{ mg}$ ). Khối lượng này được ký hiệu là C.

CHÚ THÍCH 3: Để có được kết quả chính xác, thời gian làm nguội trong bình hút ẩm phải xấp xỉ bằng nhau (trong vòng  $\pm 5$  phút) sau các lần gia nhiệt. Ví dụ, khối lượng cốc không chứa mẫu được xác định sau khi làm nguội trong bình hút ẩm 30 phút, thì khối lượng cốc có chứa chất không tan phải được xác định sau khi làm lạnh trong bình hút ẩm  $30\text{ phút} \pm 5\text{ phút}$ . Hoặc, cốc không có hoặc cốc có chứa chất không tan để qua đêm trong bình hút ẩm thì phải được gia nhiệt lại trong tủ sấy ít nhất là 30 phút, sau đó để nguội trong khoảng thời gian quy định trước khi cân.

## 11 Tính kết quả

**11.1** Tính tổng phần trăm phần chưa tan hoặc tính phần trăm mẫu hoà tan trong dung môi, như sau:

$$\% \text{ không tan} = \left( \frac{C - A}{B} \right) \times 100 \quad (1)$$

$$\% \text{ hoà tan} = \left( \frac{B - (C - A)}{B} \right) \times 100 \quad (2)$$

trong đó:

A là khối lượng cốc và lưới lọc;

B là khối lượng mẫu, và

C là khối lượng cốc, lưới lọc và phần không tan.

**11.2** Đối với phần trăm chất không tan nhỏ hơn 1,0, báo cáo kết quả thử chính xác đến 0,01 %. Đối với phần trăm chất không tan từ 1,0 trở lên, báo cáo chính xác đến 0,1 %.

## 12 Độ chụm

**12.1** Quy định về độ chụm nêu dưới đây được xác định khi dùng cacbon đisulfua, cacbon tetraclohua và benzen, cũng như tricloetylen và trước khi thay lưới lọc sợi thủy tinh bằng amiăng. Điều này chỉ để hướng dẫn.

**12.2** Độ lệch tiêu chuẩn lớn nhất ( $\sigma'$ ) và các chuẩn cứ để đánh giá khả năng chấp nhận các kết quả (95 % độ tin cậy) như sau:

|  | Độ lệch trong 1 phòng thí nghiệm <sup>A</sup> |                         | Độ lệch giữa các phòng thí nghiệm <sup>A</sup> |                         |
|--|---|-------------------------|--|-------------------------|
|  | Độ lệch tiêu chuẩn <sup>B</sup>               | Độ lặp lại <sup>C</sup> | Độ lệch tiêu chuẩn <sup>B</sup>                | Độ tái lập <sup>D</sup> |
| Độ hoà tan của bitum lớn hơn 99 % (áp dụng khi dùng cacbon đisulfua, cacbon tetraclohua, tricloetylen hoặc benzen) | 0,035   | 0,10                    | 0,090  | 0,26                    |

<sup>A</sup> Hướng dẫn sử dụng độ chụm và độ lệch theo ASTM E177.

<sup>B</sup> Độ lệch tiêu chuẩn đã nêu ( $\sigma'$ ) đại diện cho độ lệch tiêu chuẩn xác định được trong quá trình đo dưới các điều kiện qui định. Các giá trị này được xác định bằng cách nhân độ lệch tiêu chuẩn của các số liệu với hệ số  $1 + [1/4 (N - 1)]$ , trong đó N là số lượng các phép thử trong tập số liệu.

<sup>C</sup> Cần xem xét lại hai kết quả nhận được do một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một mẫu thử, nếu các kết quả này chênh nhau nhiều hơn một giá trị qui định. Theo ASTM E 177 đây là giới hạn "chênh lệch hai - sigma" đối với độ chụm của một thí nghiệm viên tiến hành trong một phòng thử nghiệm độc lập trong thời gian dài.

<sup>D</sup> Cần xem xét lại hai kết quả nhận được do các thí nghiệm viên khác nhau thực hiện trên cùng một mẫu thử, nếu các kết quả này chênh nhau nhiều hơn một giá trị qui định. Theo ASTM E 177 đây là giới hạn "chênh lệch hai - sigma" đối với độ chụm của các thí nghiệm viên tiến hành trong nhiều phòng thử nghiệm trong thời gian dài.

**12.3** Độ lệch tiêu chuẩn lớn nhất được dựa trên:

|   |       |
|---|-------|
| Vật liệu                                | 4     |
| Dụng cụ                                 | 3     |
| Dung môi                                | 4     |
| Các phòng thử nghiệm                    | 26    |
| Bậc tự do:                              |       |
| – độ lệch của một phòng thí nghiệm      | 159   |
| – độ lệch giữa các phòng thí nghiệm     | 81    |
| Độ lệch tiêu chuẩn (S) của các số liệu: |       |
| – của một phòng thử nghiệm              | 0,035 |

– giữa các phòng thử nghiệm 0,090

**12.4** Các số liệu của phòng thử nghiệm vật liệu chuẩn AASHTO đối với tiêu chuẩn này (và tiêu chuẩn AASHTO T44 tương đương) đã được phân tích năm 2001. Các số liệu này đại diện cho khoảng 13 200 kết quả lặp lại của phép thử, tiến hành trên 132 mẫu có các kết quả về độ hoà tan giữa 99,5 % và 100,0 %. Đối với các mẫu nằm trong phạm vi này, áp dụng các giá trị về độ chụm sau đây là phù hợp:

Độ lệch tiêu chuẩn của nhiều phòng thử nghiệm (1S) = 0,01 + (0,75 x % không tan)

Độ lệch của một thí nghiệm viên (1S) = 0,01 + (0,25 x % không tan)