

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7500:2023

Xuất bản lần 2

**BITUM – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ HÒA TAN TRONG
TRICHLOROETHYLENE VÀ N-PROPYL BROMIDE**

Bitumen – Test method for Solubility in Trichloroethylene and N-Propyl Bromide

HÀ NỘI – 2023

Mục lục

	Trang
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Tóm tắt phương pháp	5
4 Ý nghĩa và sử dụng	5
5 Dụng cụ và vật liệu	6
6 Thuốc thử	6
7 Các chú ý về an toàn	7
8 Chuẩn bị cốc thử	7
9 Chuẩn bị mẫu thử	7
10 Cách tiến hành	7
11 Tính toán và báo cáo kết quả	7
12 Độ chụm và độ chệch	8

Lời nói đầu

TCVN 7500:2023 được biên soạn trên cơ sở tham khảo ASTM D2042-2015 và ASTM D7553-15 (2021).

TCVN 7500:2023 do Viện Khoa học và Công nghệ Giao thông Vận tải biên soạn, Bộ Giao thông Vận tải đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ Công bố.

TCVN 7500:2023 thay thế TCVN 7500:2005.

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

Xuất bản lần 1

Bitum – Phương pháp xác định độ hòa tan trong Trichloroethylene và N-Propyl Bromide

Bitumen – Test method for Solubility in Trichloroethylene and N-Propyl Bromide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định trình tự thử nghiệm xác định độ hoà tan của bitum có chứa ít hoặc không có vật liệu khoáng trong Trichloroethylene và N-Propyl Bromide.

CHÚ THÍCH 1: 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 khác, xem ASTM D 4, ASTM D 2318 và ASTM D 2764.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6910 (tất cả các phần), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo.

ASTM C670, Standard Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials (Tiêu chuẩn Phương pháp xác định độ chụm và độ chệch cho các phương pháp thử nghiệm đối với vật liệu xây dựng).

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 Quinoline (QI) của hắc ín và dầu hắc ín).

ASTM D6368, Specification for Vapor-Degreasing Solvents Based on normal-Propyl Bromide and Technical Grade normal-Propyl Bromide (Yêu cầu kỹ thuật cho các dung môi bay hơi dựa trên N-Propyl Bromide và N-Propyl Bromide cấp kỹ thuật).

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

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

3 Tóm tắt phương pháp

Mẫu thử được hoà tan trong Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide và lọc qua lưới sợi thủy tinh. Phần không tan được rửa, sấy khô và cân.

4 Ý nghĩa và sử dụng

Phương pháp này là một phép đo độ hoà tan của bitum trong Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide. Phần tan trong Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide là chất kết dính.

5 Dụng cụ và vật liệu

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



Hình 1 - Bộ thiết bị lọc

5.1.1 **Cốc Gooch** (cốc thử), được tráng men cả mặt trong và mặt ngoài trừ bề mặt ngoài đáy. Phần đỉnh cốc có đường kính 44 mm, phần đáy thon có đường kính 36 mm và chiều cao của cốc từ 20 mm đến 30 mm.

5.1.2 **Lưới sợi thủy tinh**, hình tròn có đường kính từ 32 mm đến 34 mm, có lỗ nhỏ, cho phép dung dịch chảy nhanh, có thể giữ lại hạt 1,5 μm .

5.1.3 **Bình lọc**, thành dày, có ống nhánh, dung tích 250 ml, 500 ml hoặc 1000 ml.

5.1.4 **Ống lọc**, hình trụ 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** (bình tam giác), có dung tích 125 ml.

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

5.1.8 **Nhiệt kế**, có phạm vi đo từ $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $170\text{ }^{\circ}\text{C}$, có độ chính xác đến $\pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.1.9 **Cân**, có khả năng cân đến 500 g với độ chính xác đến 0,0001 g.

5.1.10 **Bể ổn nhiệt**, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $38\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6 Thuốc thử

6.1 Trichloroethylene, cấp kỹ thuật.

6.2 N-Propyl Bromide, cấp kỹ thuật, phù hợp với quy định tại ASTM D6368.

7 Các chú ý về an toàn

Trichloroethylene và N-Propyl Bromide là chất độc hại, chỉ nên sử dụng khi đã trang bị mũ bảo hộ trùm kín đầu hoặc với hệ thống thoát khí hiệu quả ở khu vực thông gió tốt.

8 Chuẩn bị cốc thử

Đặt cốc thử và lưới lọc vào tủ sấy ở nhiệt độ $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 15 min, sau đó để nguội trong bình hút ẩm trong (30 ± 5) min và đem cân chính xác đến 0,0001 g. 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

Nếu mẫu thử chưa đủ chảy lỏng, gia nhiệt thêm nhưng không được vượt quá $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ so với nhiệt độ hoá mềm. Thông thường không quy định nhiệt độ phép thử, nhưng có thể lấy bằng nhiệt độ phòng. Tuy nhiên đối với các phép thử đối chứng, bình đựng dung dịch mẫu được đặt trong bể ổn nhiệt tại $38\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong vòng 1 h, trước khi tiến hành lọc.

10 Cách tiến hành

10.1 Chú ý các qui định về an toàn ở điều 7. Đặt bình Erlenmeyer hoặc bình chứa phù hợp khác vào tủ sấy ở nhiệt độ $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 15 min, sau đó để nguội trong bình hút ẩm trong (30 ± 5) min và đem cân chính xác đến 0,001 g. Sau đó chuyển khoảng 2 g mẫu vào bình Erlenmeyer có dung tích 125 ml hoặc bình chứa phù hợp khác. Khối lượng mẫu nhỏ hơn có thể được sử dụng nếu dự kiến lượng chất không hòa tan nhiều hơn 0,5 %. Để mẫu nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó cân cả bình và mẫu chính xác đến 0,001 g, trừ đi khối lượng bình đã cân trước đó thì xác định được khối lượng mẫu thử, ký hiệu là B. Cho 100 ml Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide vào bình chứa theo từng lượng nhỏ một và lắc liên tục đến tan hết, không còn mẫu bám vào bình. Đậy nắp bình và để yên ít nhất 15 min (xem điều 9).

10.2 Đặt cốc thử đã chuẩn bị và cân trước đó vào ống lọc. Dùng một ít Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide làm ẩm lưới sợi thủy tinh 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 Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide để rửa bình và chuyển toàn bộ phần chưa tan sang cốc thử. Nếu cần có thể dùng "bông" để lau toàn bộ phần chưa tan dính vào bình. Rửa bông và bình chứa cẩn thận. Rửa phần chưa tan trong cốc thử bằng Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide cho đến khi không còn màu, sau đó chặt mạnh để đẩy nốt phần Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide còn lại. 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 Trichloroethylene hoặc N-Propyl Bromide (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 min. Làm nguội cốc trong bình hút ẩm trong khoảng (30 ± 5) min, sau đó cân chính xác đến 0,0001 g. Lặp lại thao tác sấy và cân đến khối lượng không đổi ($\pm 0,0003\text{ g}$). 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 ± 5 min) 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 min, thì khối lượng cốc có chứa chất không tan phải được xác định sau khi làm lạnh trong bình hút ẩm (30 ± 5) min. Hoặc, cốc không có hoặc cốc có chứa chất không tan để qua đêm trong

binh hút ẩm thì phải được gia nhiệt lại trong tủ sấy ít nhất là 30 min, sau đó để nguội trong khoảng thời gian quy định trước khi cân.

CHÚ THÍCH 4: Khi xác định độ hòa tan của bitum trong Trichloroethylene thì sử dụng Trichloroethylene trong tất cả các bước. Khi xác định độ hòa tan của bitum trong N-Propyl Bromide thì sử dụng N-Propyl Bromide trong tất cả các bước.

11 Tính toán và báo cáo kết quả

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

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

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

trong đó:

% KT là % không tan;

% HT là % hòa tan;

A là khối lượng cốc và lưới lọc (mg);

B là khối lượng mẫu (mg), và

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

11.2 Đối với phần trăm chất không tan nhỏ hơn 1,0, báo cáo kết quả chính xác đến 0,01 %. Đối với phần trăm chất không tan lớn hơn 1,0, báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 %.

12 Độ chụm và độ chệch

12.1 Độ chụm khi xác định độ hòa tan của bitum trong Trichloroethylene

12.1.1 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 13200 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:

$$\text{Độ lệch chuẩn của nhiều phòng thử nghiệm (1S)} = 0,01 + (0,75 \times \% \text{ KT})$$

$$\text{Độ lệch chuẩn của một thử nghiệm viên (1S)} = 0,01 + (0,25 \times \% \text{ KT})$$

12.1.2 Trình tự tính toán đánh giá độ chụm được thực hiện theo TCVN 6910 và ASTM C670.

12.2 Độ chụm khi xác định độ hòa tan của bitum trong N-Propyl Bromide

12.2.1 Các giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập được đưa ra trong Bảng 1.

12.2.2 Điều 12.2.1 ứng với xác suất tin cậy 95%.

Bảng 1 – Độ chụm đối với độ hòa tan (% khối lượng)

Mẫu thử	Độ lệch chuẩn lập lại S_r	Độ lệch chuẩn tái lập S_R	Giới hạn lập lại r	Giới hạn tái lập R
Nhựa đường thông thường, nhựa đường cải tiến, nhựa đường phòng nước, nhựa đường thu được sau chưng cất nhũ tương	0,0576	0,0921	0,1612	0,2580
Nhựa đường tự nhiên hoặc nhựa đường có chứa hàm lượng khoáng cao	10,1178	16,9740	28,3300	47,5272

12.3 Trình tự tính toán đánh giá độ chụm được thực hiện theo TCVN 6910 và ASTM C670.

12.4 Độ chệch

Các nghiên cứu cần thiết để thiết lập độ chệch của phương pháp này chưa được thực hiện.