

Tiêu chuẩn thí nghiệm

Xác định hàm lượng chất kết dính asphalt có trong hỗn hợp bê tông nhựa bằng phương pháp chiết

AASHTO T 164 – 06

ASTM D 2172 – 01

LỜI NÓI ĐẦU

- Việc dịch ấn phẩm này sang tiếng Việt đã được Hiệp hội Quốc gia về đường bộ và vận tải Hoa kỳ (AASHTO) cấp phép cho Bộ GTVT Việt Nam. Bản dịch này chưa được AASHTO kiểm tra về mức độ chính xác, phù hợp hoặc chấp thuận thông qua. Người sử dụng bản dịch này hiểu và đồng ý rằng AASHTO sẽ không chịu trách nhiệm về bất kỳ chuẩn mức hoặc thiệt hại trực tiếp, gián tiếp, ngẫu nhiên, đặc thù phát sinh và pháp lý kèm theo, kể cả trong hợp đồng, trách nhiệm pháp lý, hoặc sai sót dân sự (kể cả sự bất cẩn hoặc các lỗi khác) liên quan tới việc sử dụng bản dịch này theo bất cứ cách nào, dù đã được khuyến cáo về khả năng phát sinh thiệt hại hay không.
- Khi sử dụng ấn phẩm dịch này nếu có bất kỳ nghi vấn hoặc chưa rõ ràng nào thì cần đối chiếu kiểm tra lại so với bản tiêu chuẩn AASHTO gốc tương ứng bằng tiếng Anh.

Tiêu chuẩn thí nghiệm

Xác định hàm lượng chất kết dính asphalt có trong hỗn hợp bê tông nhựa bằng phương pháp chiết

AASHTO T 164 - 06

ASTM D 2172 - 01

1 PHẠM VI ÁP DỤNG

1.1 Phương pháp này quy định trình tự thí nghiệm xác định hàm lượng nhựa có trong hỗn hợp bê tông nhựa và mẫu bê tông nhựa lấy về từ mặt đường. Cốt liệu thu được sau khi tách nhựa có thể dùng để làm thí nghiệm phân tích thành phần hạt theo T 30.

1.2 Các giá trị dùng trong tiêu chuẩn này theo hệ SI.

Chú thích 1 - Kết quả thí nghiệm theo các phương pháp này phụ thuộc vào tuổi mẫu, những mẫu để lâu thường cho kết quả hàm lượng nhựa thấp hơn so với mẫu mới. Để có kết quả thí nghiệm tốt nhất, nên tiến hành thí nghiệm ngay sau khi chế bị mẫu. Rất khó có thể tách toàn bộ nhựa ra khỏi mẫu khi mẫu có nhiều loại cốt liệu khác nhau, và một số loại dung môi có thể bị hấp phụ vào thành phần khoáng làm ảnh hưởng đến khối lượng nhựa thu được.

2 TÀI LIỆU VIỆN DẪN

2.1 *Tiêu chuẩn AASHTO:*

- M 231, Các thiết bị cân dùng trong thí nghiệm vật liệu
- R 16, Các thông tin về hoá chất sử dụng cho các thí nghiệm của AASHTO
- T 30, Phân tích thành phần hạt của cốt liệu thu được sau khi tách nhựa
- T 44, Độ hòa tan của nhựa
- T 84, Tỷ trọng và độ hấp thụ nước của cốt liệu mịn
- T 110, Hàm lượng nước hoặc chất dễ bay hơi trong hỗn hợp bê tông nhựa
- T 168, Lấy mẫu hỗn hợp bê tông nhựa
- T 170, Tách nhựa từ hỗn hợp dung định thu được sau thí nghiệm Abson
- T 228, Tỷ trọng của nhựa đường đặc
- T 248, Rút gọn mẫu cốt liệu đến kích cỡ mẫu thí nghiệm

2.2 *Tiêu chuẩn ASTM:*

- C 670, Cách tính độ chính xác và độ lệch trong thí nghiệm vật liệu xây dựng
- D 604, Yêu cầu kỹ thuật của chất chỉ thị màu Diatomic Silica
- D 2111, Xác định tỷ trọng của dung môi gốc hữu cơ và các hỗn hợp của chúng

- D 4080, Yêu cầu kỹ thuật của Trichloroethylene, mức kỹ thuật và tẩy nhờn
- D 6368, Yêu cầu kỹ thuật của mức tẩy nhờn và mức tổng hợp, Propyl Bromide thông thường

3 TÓM TẮT PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM

- 3.1 Hỗn hợp bê tông nhựa được chiết xuất nhựa cùng với dung môi trichlorethylene, propyl bromide thông thường hoặc methylene chloride bằng cách sử dụng thiết bị chiết xuất tương ứng với từng phương pháp thí nghiệm chất chiết Terpene có thể được dùng trong phương pháp A hoặc E. Hàm lượng nhựa có trong hỗn hợp bê tông nhựa được xác định thông qua khối lượng cốt liệu thu được sau khi chiết, độ ẩm, và bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi chiết. Hàm lượng nhựa có trong hỗn hợp bê tông nhựa được biểu diễn theo % của khối lượng mẫu khô.

4 Ý NGHĨA VÀ SỬ DỤNG

- 4.1 Kết quả thí nghiệm theo tất cả các phương pháp trình bày trong tiêu chuẩn này đều có thể sử dụng trong nghiệm thu, khảo sát đánh giá, kiểm tra chất lượng và nghiên cứu. Mỗi phương pháp sẽ sử dụng 1 loại dung môi tương ứng. Tiêu chuẩn T170 (Tách nhựa từ dung dịch thu được sau thí nghiệm xác định hàm lượng nhựa) yêu cầu phương pháp A hoặc E và dung môi là Trichloroethylene phải được sử dụng khi nhựa được thu hồi từ dung dịch .

Chú thích 2 – Thiết bị tách nhựa chân không, mục 21.1.1, có thể được thay thế bằng một bình chân không gắn vào đầu ống để thu dung dịch chiết nhựa để thu hồi nhựa.

5 DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

- 5.1 Tủ sấy – Có khả năng duy trì nhiệt độ trong tủ là $110 \pm 5^\circ\text{C}$.
- 5.2 khay đựng mẫu – loại khay có đáy phẳng, có kích thước phù hợp để sấy nóng mẫu
- 5.3 Cân – Cân có khả năng cân được toàn bộ mẫu, có vạch chia đến 0.1% khối lượng mẫu đem cân hoặc có độ chính xác hơn, thoả mãn yêu cầu của M 231.
- 5.4 Bếp điện – Có thể điều chỉnh được nhiệt độ
- 5.5 ống đong bằng thủy tinh, loại 1000 ml hoặc 2000 ml, cũng có thể thêm ống 100 ml.
- 5.6 Cốc hợp kim chịu nhiệt, có thể tích nhỏ nhất là 125 ml.
- 5.7 Hộp kín

6 DUNG MÔI

- 6.1 Dung dịch Ammonium Carbonate $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ – loại dùng trong thí nghiệm.
- 6.2 Methylene Chloride, loại dùng trong kỹ thuật. Các lưu ý – xem mục 7

- 6.3 Propyl Bromide thông thường thỏa mãn ASTM D 6368
- 6.4 Tricloroethylene – loại dùng trong thí nghiệm (chú thích 3) hoặc thỏa mãn ASTM D 4080
- 6.5 Terpene – loại không chứa gốc halogen, không độc, và hòa tan được nhựa đường từ bê tông nhựa. Loại dung môi này có thể rửa trôi khỏi cốt liệu mà không tạo thành các hạt gel, có thể lọc qua màng diatomic và giấy lọc dễ dàng.

Chú thích 3 – Có thể phải sử dụng Tricloroethylene (loại dùng trong thí nghiệm) nếu như phải thu hồi nhựa đường từ dung dịch thu được sau khi chiết nhựa (xem T 170, chú thích 1).

Chú thích 4 - Nếu sử dụng Terpene để làm thí nghiệm thì nhất định phải dùng tủ sấy có quạt thông gió.

7 MỘT SỐ LƯU Ý

- 7.1 Các dung môi đã nêu tại Mục 6 đều có tính độc ở mức độ nào đó như miêu tả tại R16, vì vậy, khi sử dụng thì phải che đầy cẩn thận, phòng thí nghiệm phải được thông gió tốt. Dưới tác động của nhiệt độ và độ ẩm, tricloroethylene, methylene chloride và propyl bromide thông thường có thể tạo thành axit, làm cho dụng cụ bằng kim loại bị ăn mòn, nhất là khi tiếp xúc lâu. Không nên để các dung môi này đọng trong bình chứa bằng nhôm của dụng cụ tách nhựa theo phương pháp hút chân không.
- 7.2 Tricloroethylene được đựng trong thùng bằng sắt tại môi trường có độ ẩm cao thì có thể phân tách thành Hydrocarbon lỏng và Hydro-Chloride. Vì vậy, thùng chứa Tricloroethylene bằng sắt phải được để tại nơi khô ráo, mát, và phải được bịt kín. Khi dùng, có thể đổ Tricloroethylene từ thùng chứa vào những cái chai thủy tinh màu. Hydro-Chloride tách từ Tricloroethylene có thể làm cho nhựa đường bị cứng lại trong khi chiết nhựa và khi thí nghiệm thu hồi nhựa theo T 170.
- 7.3 Tất cả các công tác từ vận chuyển, lưu trữ, sử dụng và loại bỏ chất chiết đều phải tuân thủ các quy định về an toàn của địa phương và Liên bang. Phải luôn đính kèm bản hướng dẫn về an toàn trên sản phẩm. Không được đem cất giẻ lau còn dính dung môi.

8 LẤY MẪU

- 8.1 Lấy mẫu theo T 168
- 8.2 Chuẩn bị mẫu thí nghiệm
- 8.2.1 Nếu mẫu không đủ mềm để làm tơi bằng dao thì cho mẫu vào 1 cái khay to và sấy nóng trong tủ sấy tại $110 \pm 5^\circ\text{C}$ cho đến khi có thể chia mẫu để được khối lượng mẫu phù hợp cho thí nghiệm.
- 8.2.2 Khối lượng mẫu dùng để thí nghiệm phụ thuộc vào cỡ hạt lớn nhất của cốt liệu có trong mẫu theo quy định tại Bảng 1 (Chú thích 5).

Bảng 1. Khối lượng mẫu

Đường kính hạt danh định lớn nhất, mm	Khối lượng mẫu nhỏ nhất, kg
4.75	0.5
9.5	1
12.5	1.5
19.0	2
25.0	3
37.5	4

Chú thích 5 – Nếu khối lượng mẫu vượt quá khả năng thí nghiệm 1 lần của thiết bị thì chia mẫu ra làm nhiều phần để làm thí nghiệm sau đó sẽ tính hàm lượng nhựa dựa trên số liệu của các lần thí nghiệm này (Mục 12).

- 8.2.3 Nếu mẫu thí nghiệm không khô hoàn toàn (chú thích 7) thì phải làm thí nghiệm xác định hàm lượng nước trong hỗn hợp bê tông nhựa (Mục 9). Mẫu dùng cho thí nghiệm xác định hàm lượng nước được lấy từ phần vật liệu còn thừa còn lại ngay sau khi đã chuẩn bị xong phần mẫu để làm thí nghiệm chiết nhựa.

Chú thích 6 - Nếu mục đích của thí nghiệm chỉ là để tách nhựa đường ra khỏi hỗn hợp bê tông nhựa, sau đó thu hồi phần nhựa này để làm các thí nghiệm khác mà không cần tính hàm lượng nhựa trong hỗn hợp bê tông nhựa thì không phải làm thí nghiệm xác định hàm lượng nước.

9 XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NƯỚC

- 9.1 Khi có yêu cầu, phải xác định hàm lượng nước trong hỗn hợp bê tông nhựa (mục 8.2.3) theo T 110.

Chú thích 7 - Nếu như không cần phải thu hồi phần nhựa đường có trong mẫu hỗn hợp dung môi thu được sau khi tách nhựa thì không cần phải làm thí nghiệm xác định hàm lượng nước. Khi đó, chỉ cần cho mẫu vào trong tủ sấy tại nhiệt độ từ 149-163°C trong thời gian từ 2-2.5 giờ trước khi làm thí nghiệm chiết xuất nhựa.

- 9.2 Tính khối lượng nước có trong mẫu (W_2 , mục 12.1) bằng cách nhân hàm lượng nước (Mục 9.1) với khối lượng của hỗn hợp (W_1 , mục 12.1).

PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM A

10 DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

- 10.1 Ngoài những thiết bị nêu tại Mục 5, các yêu cầu về thiết bị của phương pháp thí nghiệm A bao gồm:
- 10.1.1 Thiết bị tách nhựa (máy ly tâm) – gồm có 1 cái bát để đựng mẫu như trong Hình 1 và bộ phận phát lực để bát có thể quay với tốc độ 3600 vòng/phút. Tốc độ quay của bát có thể điều chỉnh bằng tay hoặc cũng có thể đã được đặt trước. Thiết bị có vỏ kín để thu được toàn bộ dung dịch văng ra từ bát đựng mẫu, và có 1 ống dẫn dung dịch này

ra ngoài. Thiết bị phải có khả năng chống nổ, được đặt trong hộp kín hoặc trong phòng có điều kiện thông gió tốt.

Chú thích 8 - Có thể sử dụng loại thiết bị tương tự nhưng có thể tích lớn hơn.

10.1.2 Phễu lọc – bằng ni hoặc giấy, phải lắp khít với mép của bát đựng mẫu

10.1.3 Giấy lọc có độ tro thấp có thể được sử dụng thay thế cho giấy lọc bằng ni (Mục 10.1.2). Phễu lọc gồm có giấy lọc có chiều dày 1.27 ± 0.03 mm (0.05 ± 0.005 in.). Có khối lượng danh nghĩa là 150 ± 14 kg (330 ± 30 lb) / 1 ram giấy (500 tờ kích cỡ 635x965 mm (25x38 in.)). Hàm lượng tro của giấy không được vượt quá 0.2% (xấp xỉ 0.034 g / tờ giấy lọc).

Chú thích 9 - Khi sử dụng Terpene, phải luôn tra dầu mỡ cho các ổ trục và hộp số

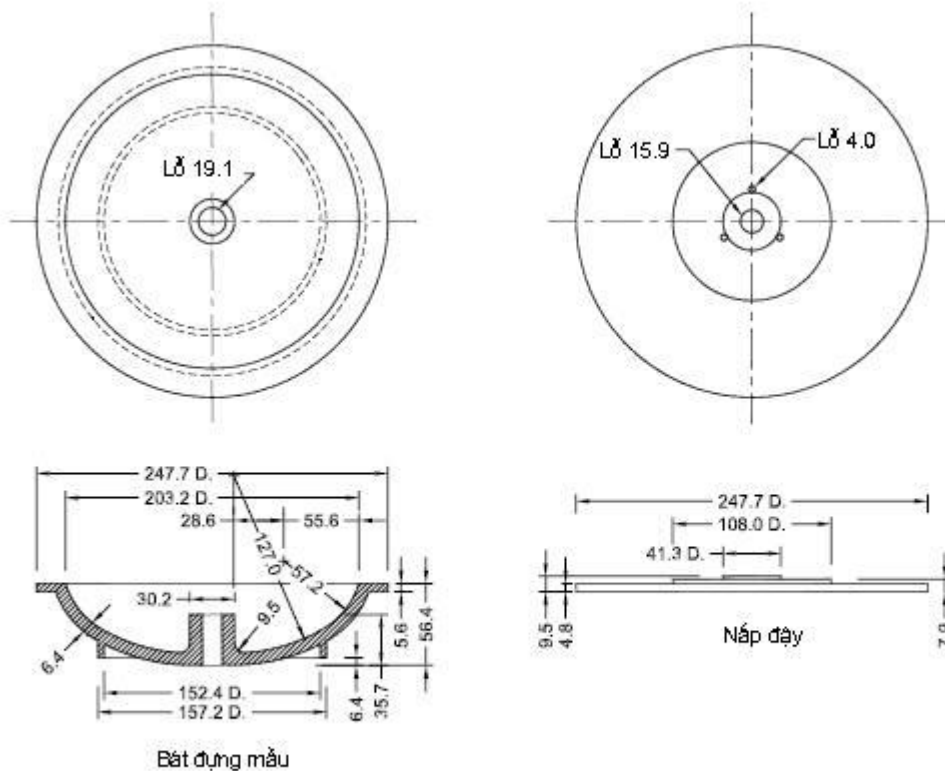
11 TRÌNH TỰ

11.1 Xác định hàm lượng nước có trong mẫu theo Mục 9.

11.2 Cho mẫu vào trong bát đựng mẫu.

11.3 Đổ dung môi hòa tan vào bát cho đến khi ngập hết mẫu, dung môi có thể là trichloroethylene, methylene chloride hoặc là terpene, ngâm mẫu để cho mẫu toỉ hết, thời gian ngâm thường không quá 1 giờ. Đặt bát đã đựng mẫu và dung môi vào trong thiết bị. Sấy giấy lọc đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $110 \pm 5^\circ\text{C}$ ($230 \pm 9^\circ\text{F}$) và lắp khít với bát đựng mẫu. Đóng nắp máy và vặn chặt nắp lại, đặt một khay có kích cỡ phù hợp ở dưới đầu ống dẫn để hứng dung dịch chảy từ trong máy ra.

11.4 Khởi động máy, bắt đầu cho máy chạy ở tốc độ chậm, sau đó tăng dần lên đến 3600vòng/phút cho đến khi không thấy dung dịch chảy ra khỏi thiết bị. Dừng thiết bị và cho thêm 200 ml (hoặc hơn) dung môi vào trong bát đựng mẫu và lặp lại thao tác trên. Phải cho thêm dung môi vào bát đựng mẫu ít nhất là 3 lần cho đến khi dung dịch chảy ra có màu vàng rơm. Thu toàn bộ lượng dung dịch chảy ra từ máy và dung dịch rửa máy.



Hình 1. Bát đựng mẫu (Phương pháp A)

- 11.5 Cho toàn bộ giấy lọc và phần cốt liệu có trong bát đựng mẫu và từ giấy lọc vào 1 cái khay, đặt khay dưới quạt cho đến khi hết khói và sau đó cho vào tủ sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($230\pm 9^{\circ}\text{F}$) (Chú thích 10 và 11). Khối lượng cốt liệu sau khi tách nhựa (W_3) sẽ là tổng khối lượng của những thứ có trong khay trừ đi khối lượng ban đầu của giấy lọc. Lấy chổi lông quét hết các hạt cốt liệu bám trên bề mặt giấy lọc và cho vào cùng với cốt liệu trong khay.

Chú thích 10 - Có thể để cả cốt liệu và giấy lọc trong bát đựng mẫu để sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($230\pm 9^{\circ}\text{F}$) và xác định nhiệt độ.

Chú thích 11 - Có thể sấy riêng giấy lọc đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($230\pm 9^{\circ}\text{F}$), trong trường hợp này cần lưu ý không để cốt liệu mịn dính bám trên giấy lọc rơi ra khỏi giấy lọc. Nếu trình tự này được thực hiện, thì cốt liệu có trong bát đựng có thể được sấy khô trong tủ sấy hoặc chảo kim loại đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($230\pm 9^{\circ}\text{F}$).

- 11.5.1 Nếu sử dụng giấy lọc là loại có hàm lượng tro thấp thì tiến hành như sau: Cho cốt liệu và giấy vào 1 cái khay và sấy đến khối lượng không đổi. Cần thận gấp giấy lọc lại và đặt lên trên cốt liệu. Đốt giấy lọc bằng đèn bunsen hoặc bằng diêm. Sau đó xác định khối lượng cốt liệu sau khi tách nhựa (W_3) bằng cách cân toàn bộ vật liệu có trong khay.

Chú thích 12 – Do cốt liệu đã được sấy khô có thể hút nước khi được để trong môi trường ẩm, do vậy cần tiến hành cân khối lượng của cốt liệu ngay sau khi nguội.

11.6 Xác định khối lượng chất khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa bằng 1 trong các cách sau đây:

11.6.1 Phương pháp đốt

11.6.1.1 Xác định khối lượng hoặc thể tích của dung dịch thu được sau khi tách nhựa (W_1). Nung cốc hợp kim trong lò, làm nguội cốc trong hộp kín sau đó cân xác định khối lượng cốc chính xác đến 0.001 g. Khuấy đều toàn bộ dung dịch thu được và lấy 100 ml hoặc 100 g cho vào cốc hợp kim. Làm bay hơi dung môi trong cốc bằng cách cho cốc vào trong thùng hấp hoặc đun bằng bếp điện. Cho cốc vào trong lò và nung ở nhiệt độ 500-600°C (932-1112°F) sau đó để nguội. Cân khối lượng của phần tro trong cốc hợp kim và rót dung dịch ammonium cacbonate vào trong cốc hợp kim với khối lượng sao cho 5 ml ứng với 1 g tro. Để im cốc trong điều kiện nhiệt độ phòng trong khoảng thời gian 1 giờ. Sau đó sấy khô đến khối lượng không đổi trong tủ sấy ở nhiệt độ 110±5°C (230±9°F), làm nguội trong hộp kín, sau đó cân khối lượng tro trong cốc chính xác đến 0.001 g.

11.6.1.2 Tính khối lượng của bột khoáng có trong toàn bộ dung dịch thu được sau khi tách nhựa (W_4) theo công thức:

$$W_4 = G (W_1 / 100)$$

Trong đó:

G là khối lượng tro thu được trong cốc hợp kim, chính xác đến 0.001 g

W1 là tổng thể tích, ml (hoặc tổng khối lượng, g) của dung dịch

11.6.2 Phương pháp ly tâm

11.6.2.1 Đối với phương pháp này, phải có 1 máy quay ly tâm có tốc độ cao (3000 vòng/phút hoặc lớn hơn) và là loại hoạt động liên tục (có thể rót mẫu vào trong máy trong khi máy quay).

11.6.2.2 Xác định khối lượng ban đầu của cốc (bát) ly tâm chính xác đến 0.01 g và đặt vào trong máy. Đặt một cái khay phía dưới để hứng dung dịch chảy ra từ trong máy. Đổ toàn bộ dung dịch thu được sau khi tách nhựa (thu được theo phương pháp thí nghiệm A, B, D hoặc E) vào hộp chứa mẫu chuyên dụng cho máy ly tâm. Cần phải tráng khay đựng dung dịch vài lần bằng dung môi sạch để không còn bột khoáng bám vào thành khay và rót vào hộp chứa của máy ly tâm. Khởi động máy và cho máy chạy ở 1 tốc độ nhất định (9000 vòng/phút đối với loại máy SSM và 20000 vòng/phút đối với loại máy SHARPLES). Mở ống nạp liệu để dung dịch từ hộp chứa chảy vào trong máy với tốc độ khoảng từ 100- 150 ml/phút. Sau khi đã rót hết dung dịch vào máy, tráng toàn bộ dụng cụ rót mẫu và máy vài lần (máy vẫn đang chạy) bằng dung môi sạch cho đến khi dung môi ra khỏi máy là không màu.

11.6.2.3 Tắt máy ly tâm và lấy cốc (hoặc bát) ly tâm ra. Đặt cốc (hoặc bát) dưới quạt hút để cho dung môi còn sót lại trong cốc (hoặc bát) bay hơi, sau đó sấy khô đến khối lượng không đổi trong tủ sấy ở nhiệt độ 110±5°C. Để nguội và cân khối lượng của cốc (hoặc bát) và bột khoáng có trong cốc (hoặc bát). Lấy khối lượng này trừ đi khối lượng

cốc (hoặc bát) ban đầu sẽ được khối lượng của bột khoáng (W_4) có trong toàn bộ dung dịch thu được sau khi tách nhựa.

11.6.3 Phương pháp thể tích

11.6.3.1 Đổ toàn bộ dung dịch chứa nhựa đã tách vào 1 bình thủy tinh đã được hiệu chuẩn. Ngâm bình chứa dung dịch vào trong bể nước có nhiệt độ bằng nhiệt độ khi hiệu chuẩn bình thủy tinh. Sau khi nhiệt độ của toàn bộ bình và dung dịch cân bằng với nhiệt độ bể nước, cho thêm dung môi sạch vào trong bình, đóng nắp bình lại rồi rót tiếp dung môi cho đến khi dung môi tràn khỏi lỗ mao dẫn trên nắp bình. Lấy bình ra khỏi bể nước, lau khô mặt ngoài và cân xác định khối lượng bình và dung môi chính xác đến 0.1 g.

Chú thích 13 - Cũng có thể không cần ngâm bình thủy tinh trong bể nước bằng cách áp dụng hệ số hiệu chỉnh nhiệt độ.

11.6.3.2 Tính thể tích của nhựa và bột khoáng trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa theo công thức sau:

$$V_1 = V_2 - \frac{M_1 - M_2}{G_1}$$

Trong đó:

V_1 là thể tích của nhựa và bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa

V_2 là thể tích của bình thủy tinh

M_1 là khối lượng dung dịch có trong bình

M_2 là khối lượng của nhựa và bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa (hoặc khối lượng của mẫu thí nghiệm trừ đi khối lượng của cốt liệu thu được sau khi tách nhựa)

G_1 là tỷ trọng của dung môi, chính xác đến 0.001, xác định theo D2111.

11.6.3.3 Tính khối lượng của bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa theo công thức sau:

$$M_3 = K (M_2 - G_3.V_1)$$

Trong đó:

M_3 là khối lượng của bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa

G_2 là tỷ trọng của bột khoáng, xác định theo T 84.

G_3 là tỷ trọng của nhựa, xác định theo T 228.

$$K = \frac{G_2}{G_2 - G_3}$$

V₁ xác định theo Mục 11.6.3.2

M₂ xác định theo Mục 11.6.3.2.

12 TÍNH TOÁN HÀM LƯỢNG NHỰA

$$\text{Hàm lượng nhựa, \%} = \frac{(W_1 - W_2) - (W_3 + W_4)}{W_1 - W_2} \times 100 \quad (4)$$

(theo % tổng hỗn hợp)

Trong đó:

W₁ là khối lượng mẫu thí nghiệm

W₂ là khối lượng nước có trong mẫu

W₃ là khối lượng cốt liệu thu được sau khi tách nhựa

W₄ là khối lượng bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa.

Chú thích 14 – Nếu không sử dụng giấy lọc không có tro thì cộng thêm khối lượng tăng lên của phễu lọc vào W₄.

Chú thích 15 – Trường hợp phải tính hàm lượng nhựa theo phần trăm của khối lượng cốt liệu khô thì sử dụng công thức sau:

$$\text{Hàm lượng nhựa, \%} = \frac{(W_1 - W_2) - (W_3 + W_4)}{W_3 + W_4} \times 100$$

(theo cốt liệu)

PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM B

13 DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

13.1 Ngoài những yêu cầu nêu tại Mục 5, các yêu cầu về thiết bị của phương pháp thí nghiệm B bao gồm:

13.1.1 Thiết bị tách nhựa – như trên Hình 2.



Hình 2. Thiết bị tách nhựa (Phương pháp B)

- 13.1.1.1 Bình thủy tinh – dạng hình trụ tròn, bằng phẳng, làm bằng thủy tinh chịu nhiệt. Bình thủy tinh này không được nứt, chày xước, hoặc có những dấu hiệu dạn nứt có thể làm vỡ bình khi đốt nóng.
- 13.1.1.2 Các khung kim loại dạng hình trụ tròn – Cần 1 hoặc 2 cái. Khung thấp hơn phải có các chân có chiều cao phù hợp để đỡ khung, có đỉnh chóp nằm phía dưới trong đó đựng tờ giấy được tạo dáng hình chóp, đỉnh chóp của khung và của tờ giấy phải nằm phía trên bề mặt dung môi. Trong trường hợp sử dụng 2 khung kim loại, khung cao hơn phải có các chân có chiều cao phù hợp để đỡ phễu hình côn và tờ giấy nằm phía trên bề mặt của khung thấp hơn. Có thể có thanh ngang nằm ở mặt trên của mỗi khung kim loại để thuận tiện cho việc cầm và lắp đặt. Tốt nhất nên sử dụng các khung kim loại có tính chất trơ với các dung môi dùng trong thí nghiệm.
- 13.1.1.3 Bình ngưng - Được chế tạo với bề mặt hình bán cầu được cắt cụt với đỉnh dạng hình côn được cắt cụt. Một dụng cụ khác có hình dạng tương tự cũng có thể được sử dụng nếu như chúng phù hợp với mục đích sử dụng. Vật liệu được sử dụng để làm bình ngưng phải không có phản ứng với nước và các dung môi, có một đường dẫn nước vào và một đường dẫn nước ra.
- 13.1.1.4 Giấy lọc – cấp độ trung bình, thoát nước nhanh. Đường kính của tờ giấy lọc phải hợp lý sao cho khi gấp tờ giấy lại thành dạng hình côn để đặt vào trong khung kim loại thì mép tờ giấy phải song song với đường sinh của hình côn.
- 13.1.1.5 Tấm cách nhiệt – Có chiều dày khoảng 3 mm, được đặt giữa bình thủy tinh và bếp điện.

- 13.1.1.6 Bếp điện – Có khả năng điều chỉnh được nhiệt độ, có kích cỡ và khả năng cấp nhiệt phù hợp để chưng cất dung môi như quy định tại Mục 15.2.5.

14 CHUẨN BỊ MẪU THÍ NGHIỆM

- 14.1 Chuẩn bị mẫu để xác định độ ẩm và hàm lượng nhựa như quy định tại Mục 8.

15 TRÌNH TỰ

- 15.1 Độ ẩm:

- 15.1.1 Xác định độ ẩm có trong mẫu (Mục 8.2.3) theo Mục 9.

- 15.2 Tách nhựa:

- 15.2.1 Sấy giấy lọc đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($230\pm 9^{\circ}\text{F}$), gấp giấy lọc thành dạng hình côn sau đó đặt vào trong phễu kim loại.

- 15.2.2 Cân khối lượng của từng khung kim loại cùng với tờ giấy lọc chính xác tới 0.5g. Ghi lại khối lượng, đánh số các khung kim loại.

- 15.2.3 Cho mẫu thí nghiệm vào trong khung kim loại. Nếu sử dụng 2 khung thì chia mẫu thí nghiệm thành hai phần tương đương nhau. Mặt trên của các phần mẫu trong khung phải thấp hơn thành trên của khung và của giấy lọc. Cân và ghi lại khối lượng của từng khung có chứa mẫu. Chính xác đến 0.5g.

- 15.2.4 Sử dụng một trong các loại dung môi (chú thích 16) quy định tại Mục 6.2, 6.3 hoặc 6.4. Rót dung môi vào trong bình thủy tinh và đặt khung vào. Bề mặt dung môi phải thấp hơn đỉnh chóp của khung kim loại phía dưới. Nếu sử dụng 2 khung, đặt khung phía trên lên trên khung phía dưới sao cho các chân của nó vào đúng vị trí các lỗ có ở thành trên của khung phía dưới.

Chú thích 16 – Ethyl alcohol biến tính có thể được rót lên trên mặt mẫu để làm ướt giấy lọc. Hỗn hợp gồm 20% alcohol biến tính và 80% trichloethylene đã được chứng minh là dung môi tốt hơn đối với một số cốt liệu.

- 15.2.5 Nếu có yêu cầu thì đặt tấm cách nhiệt lên trên bếp điện sau đó đặt bình thủy tinh lên. Đặt nắp bình ngưng. Cho dòng nước mát chảy ổn định qua bình ngưng. Điều chỉnh nhiệt độ của bếp điện sao cho dung môi sôi đều và lượng dung môi được ngưng tụ rơi xuống mẫu đều đặn. Nếu cần thiết, điều chỉnh nhiệt độ của bếp điện để duy trì tốc độ rơi của dung môi để giữ trên mẫu thí nghiệm luôn có dung môi bao phủ. Phải chú ý không để cho dung môi ngưng tụ chàn qua khung giấy lọc. Tiếp tục chưng cất cho đến khi dung dịch chảy ra khỏi phần mẫu phía dưới có màu vàng rơm (khi nhìn trên nền trắng). Tắt bếp điện và để cho thiết bị nguội đến khi chạm tay vào được, tắt ống ngưng và lấy bình thủy tinh ra.

- 15.2.6 Lấy các khung ra khỏi bình thủy tinh. Để nguội trong không khí và sấy khô đến khối lượng không đổi ở $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($230\pm 9^{\circ}\text{F}$) (chú thích 9).

15.2.7 Xác định lượng bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa theo một theo các cách ở Mục 11.6.

16 TÍNH TOÁN HÀM LƯỢNG NHỰA

16.1 Tính toán hàm lượng nhựa có trong mẫu thí nghiệm theo trình tự quy định tại Mục 12.

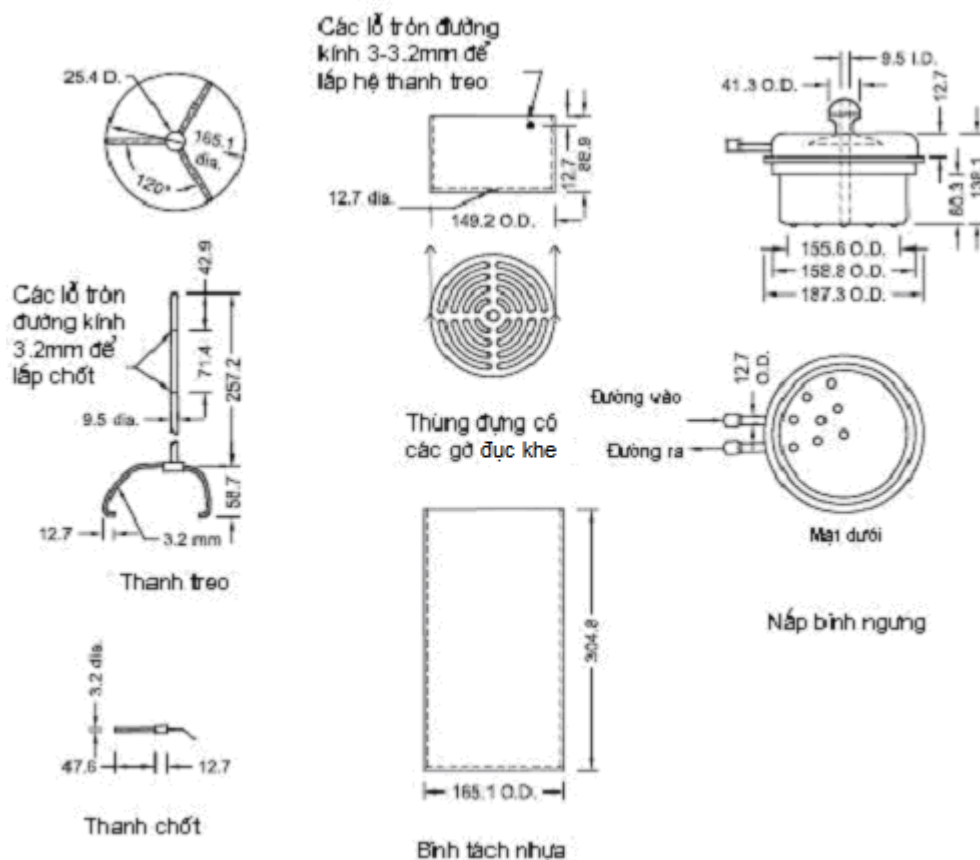
PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM D

17 DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

17.1 Ngoài những thiết bị nêu tại Mục 5, các yêu cầu về thiết bị của phương pháp thí nghiệm D bao gồm:

17.1.1 Thiết bị tách nhựa – như trên Hình 3. Bao gồm một bình tách nhựa làm bằng kim loại hoặc thủy tinh chịu nhiệt, phía dưới có một thùng đựng có đục khe, phía trên có một bình ngưng. Mặt dưới của bình ngưng có các mấu tròn đều để phân bố dung môi đều đặn trên bề mặt mẫu. Hệ thanh treo của giá đỡ được thiết kế để giữ thùng đựng ở vị trí cách đáy bình tách nhựa một khoảng 13 mm khi ngâm mẫu thí nghiệm vào trong dung môi, và cách đáy bình tách nhựa một khoảng ít nhất là 75 mm khi chưng cất (chú thích 8).

17.1.2 Màng lọc – có vành nhựa dùng để lót thùng đựng.



Hình 3. Thiết bị tách nhựa (Phương pháp D)

18 CHUẨN BỊ MẪU THÍ NGHIỆM

18.1 Chuẩn bị mẫu để xác định độ ẩm và hàm lượng nhựa như quy định tại Mục 8.

19 TRÌNH TỰ

19.1 Độ ẩm:

19.1.1 Xác định độ ẩm có trong mẫu (Mục 8.2.3) theo Mục 9.

19.2 Tách nhựa:

19.2.1 Đặt giấy lọc vào trong thùng đựng và cân xác định tổng khối lượng (1). Cho mẫu thí nghiệm vào trong thùng đựng và cân xác định tổng khối lượng (2). Tính khối lượng mẫu thí nghiệm bằng cách lấy (2) trừ (1).

19.2.2 Lắp hệ thanh treo vào thùng đựng (đã có mẫu) và đặt thùng đựng vào bình tách nhựa. Rót khoảng 600 mL dung môi (Mục 6.2, 6.3, hoặc 6.4) lên bề mặt mẫu. Đặt bình ngưng vào vị trí (phía trên bình tách nhựa). Cho dòng nước mát chảy qua bình ngưng. Nâng thùng đựng mẫu lên đến vị trí ngâm mẫu, ví dụ cách đáy của bình tách nhựa 13 mm, bằng cách đặt 1 đinh chốt vào lỗ phía trên của thanh treo. Đặt thiết bị tách nhựa lên bếp điện, điều chỉnh tốc độ gia nhiệt sao cho dung môi sôi nhẹ, tránh sôi mạnh vì nó có thể làm cho cốt liệu mịn tràn qua thành của thùng đựng mẫu.

19.2.3 Tiếp tục gia nhiệt trong khoảng thời gian 15-30 phút, sau đó nâng thùng đựng mẫu lên đến vị trí chưng cất. Tăng nhiệt và duy trì ở trạng thái sôi cho đến khi dung dịch chảy nhỏ giọt ra khỏi thùng đựng mẫu có màu vàng rơm khi nhìn trên nền trắng. Nếu sử dụng bình tách nhựa bằng kim loại, nhấc thùng đựng mẫu và bình ngưng ra để kiểm tra dung môi.

19.2.4 Lấy thiết bị tách nhựa ra khỏi bếp điện và để nguội trong thời gian khoảng vài phút. Nhấc thùng đựng mẫu và bình ngưng ra. Đặt bình tách nhựa, lấy màng lọc ra, đặt màng lọc lên lên đồng cốt liệu. Làm khô trên một bề hơi sau đó cho vào tủ sấy khô đến khối lượng không đổi ở $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($230\pm 9^{\circ}\text{F}$). Chuyển dung dịch tách được vào một bình đong 1000 mL. Rửa sạch thiết bị tách nhựa bằng dung môi, dung dịch rửa này được đổ vào dung dịch thu được.

19.2.5 Xác định lượng bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa theo một theo các cách ở Mục 11.6.

20 TÍNH TOÁN HÀM LƯỢNG NHỰA

20.1 Tính toán hàm lượng nhựa có trong mẫu thí nghiệm theo trình tự quy định tại Mục 12.

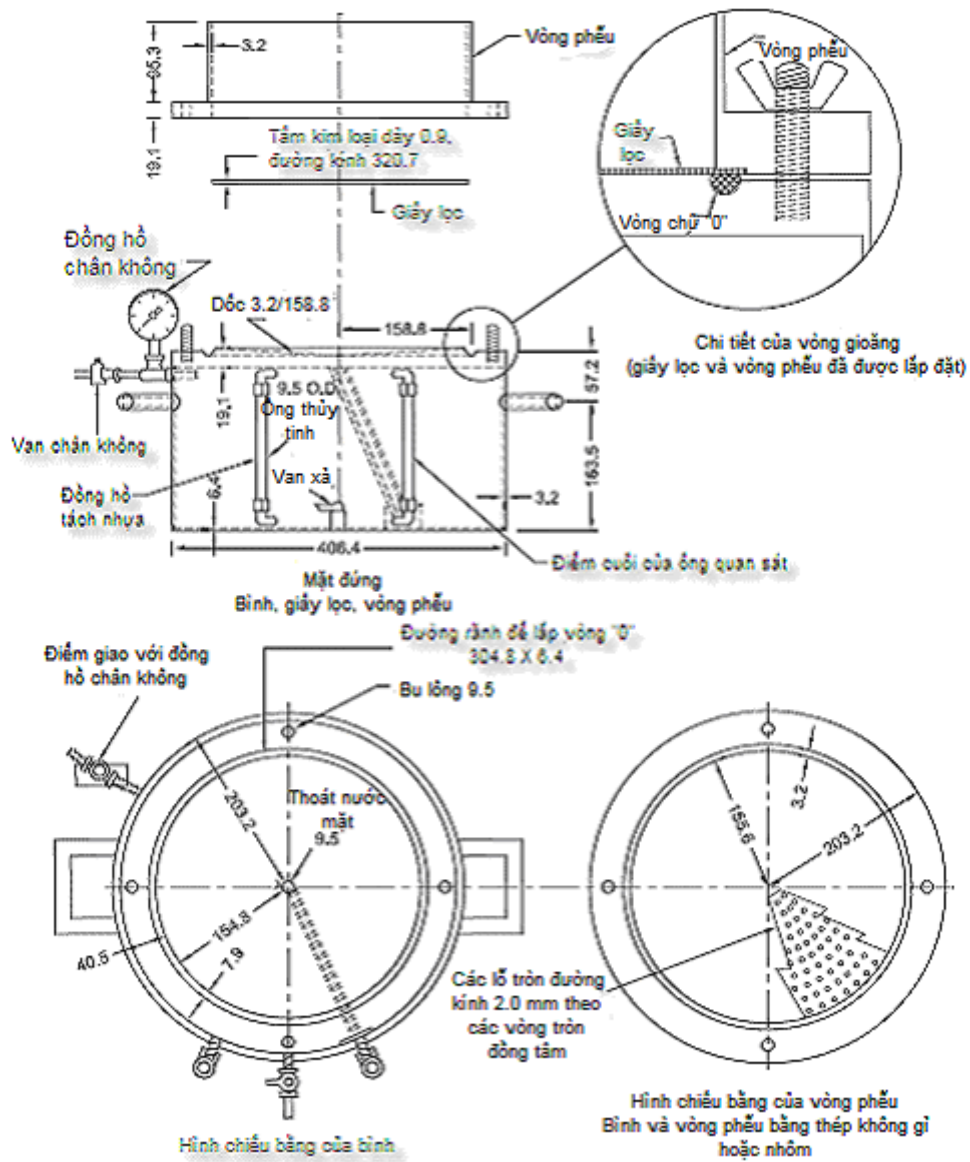
PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM E

21 DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

- 21.1 Ngoài những thiết bị nêu tại Mục 5, các yêu cầu về thiết bị của phương pháp thí nghiệm E bao gồm:
- 21.1.1 Thiết bị tách nhựa chân không – Bao gồm một máy hút chân không, miếng đệm, ống cao su, giấy lọc, tấm đỡ và vòng phễu. Thiết bị được thể hiện trong Hình 4a, 4b và 4c và các thiết kế tương tự cũng thích hợp.

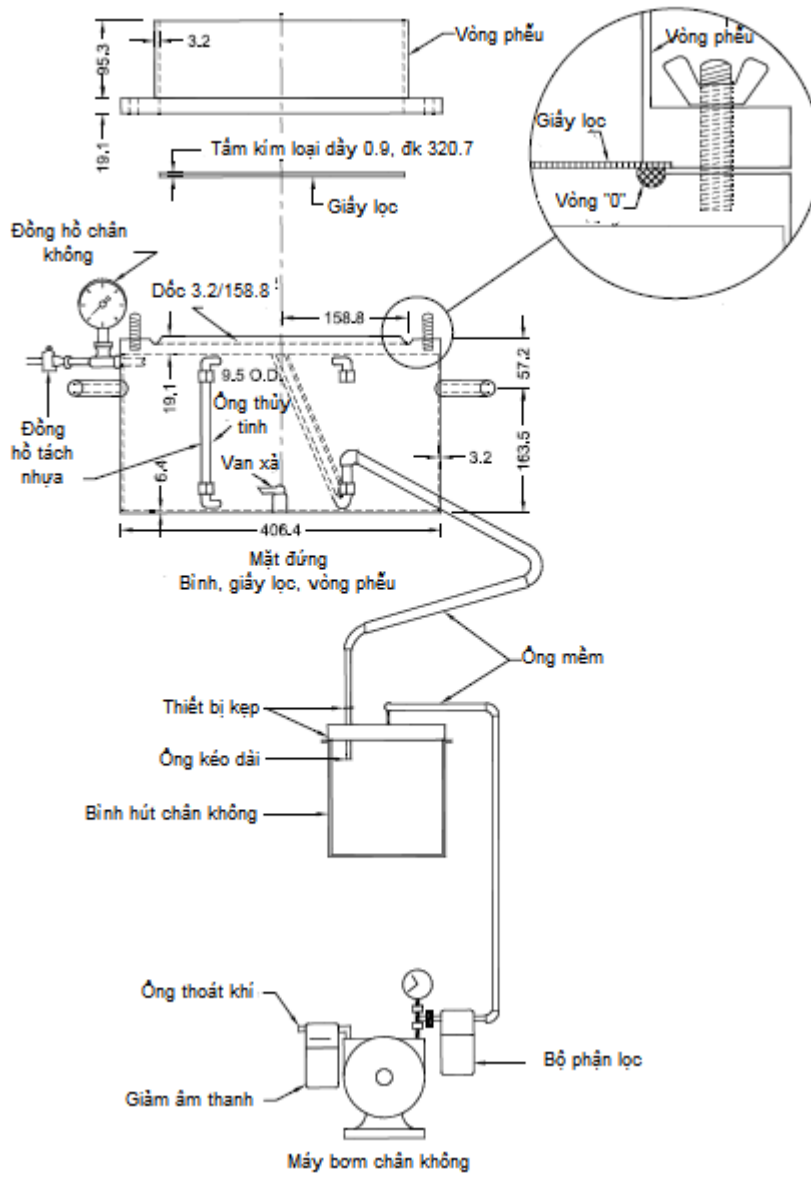
Bảng 3 – Quy đổi kích thước tương đương

in.	mm	in.	mm
16	406	2 ¹ / ₄	57
12 ⁵ / ₈	321	1 ¹⁹ / ₃₂	40
12	305	³ / ₄	19
8	203	¹ / ₂	12.7
6 ⁷ / ₁₆	164	³ / ₈	9.5
6 ¹ / ₄	159	¹ / ₄	6.4
6 ¹ / ₈	156	³ / ₆₄	1.98
6 ³ / ₃₂	155	0.060	1.52
3 ³ / ₄	95		



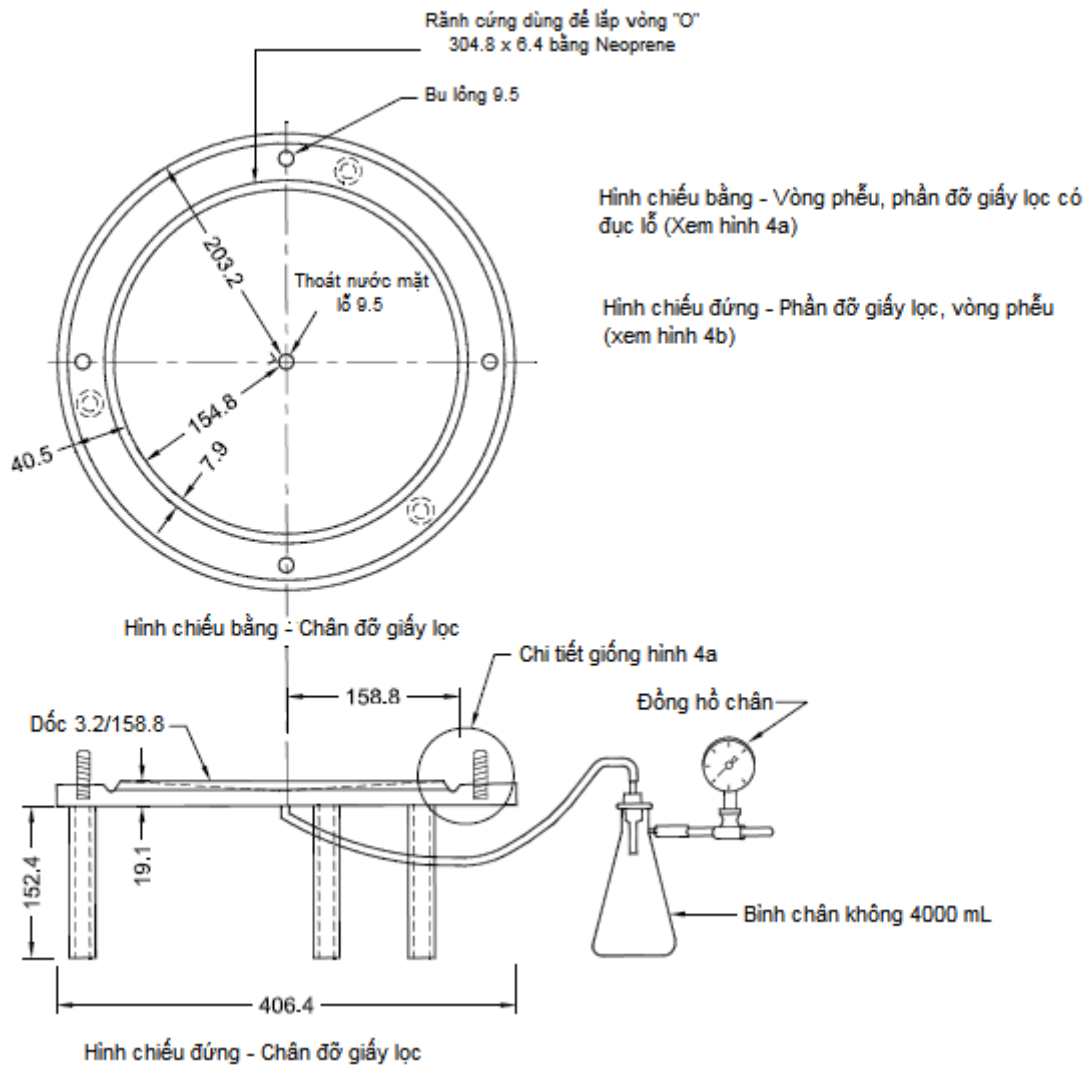
Chú thích: xem Bảng 3 về quy đổi kích thước tương đương. Tất cả các kích thước bằng milimet trừ khi được ghi khác đi.

Hình 4a. Thiết bị tách nhựa chân không



Chú thích: Tất cả các kích thước bằng milimet trừ khi được ghi khác đi

Hình 4b. Thiết bị tách nhựa chân không



Chú thích: Tất cả các kích thước bằng milimet trừ khi được ghi khác đi

Hình 4c. Thiết bị tách nhựa chân không

- 21.1.2 Giấy lọc – loại trung bình, thoát nước nhanh, đường kính 330 mm.
- 21.1.3 Bình đựng mẫu – dung tích 3.8 L hoặc lớn hơn.
- 21.1.4 2 bình thót cổ làm bằng thủy tinh, dung tích 4000 mL mỗi cái.
- 21.1.5 ống đong làm bằng thủy tinh, dung tích 500 mL.
- 21.1.6 Chai rửa làm bằng nhựa, dung tích 500 mL.
- 21.1.7 Nhiệt kế có phạm vi đo từ 10-82°C.
- 21.1.8 Thìa trộn có chiều dài khoảng 300 mm (12 in.).
- 21.1.9 Cái bay có chiều dài khoảng 230 mm (9 in.).

21.1.10 Bàn chải lông cứng có chiều rộng khoảng 25 mm (1 in.).

21.1.11 Bình thót cổ làm bằng thủy tinh, dung tích 1000 mL.

21.1.12 Tấm kính trong suốt có đường kính khoảng 100 mm (4 in.).

21.1.13 Các kẹp kim loại có chiều dài từ 150-200 mm (6-8 in.).

21.1.14 Sàng có đường kính 305 mm (12 in.), kích cỡ mắt sàng 1.18 mm (No.16) và 0.075 mm (No.200) (tùy ý)

Chú thích 17 – Chỉ sử dụng các thiết bị và vật liệu như liệt kê tại Mục 21.1.11, 21.1.12, 21.1.13, 22.1 và 22.2 với hỗn hợp bê tông nhựa nóng khó lọc như trong phương pháp E-II.

22 HOÁ CHẤT VÀ VẬT TƯ

22.1 Chất trợ giúp lọc cát Diatomaceous Silica loại B của ASTM D604.

22.2 Cồn Ethyl Alcohol, biến chất (tùy ý)

22.3 Methylene Chloride (Chú thích 18).

Chú thích 18 – Có thể dùng loại dung môi khác như quy định tại Mục 6 thay thế cho Methylene Chloride.

23 CHUẨN BỊ MẪU THÍ NGHIỆM

23.1 Chuẩn bị mẫu để xác định độ ẩm và hàm lượng nhựa như quy định tại Mục 8.

24 TRÌNH TỰ

24.1 Xác định độ ẩm có trong mẫu bê tông nhựa nóng (Mục 8.2.3) theo Mục 9.

24.2 Tách nhựa:

24.2.1 Cho mẫu thí nghiệm vào trong cốc kim loại và cân xác định khối lượng mẫu (chú thích 19).

24.2.2 Nếu nhiệt độ mẫu thí nghiệm lớn hơn 54°C (130°F), thì để mẫu nguội đến nhiệt độ thấp hơn 54°C (130°F). Rót 200 mL cồn biến chất lên trên mặt mẫu (chú thích 19). Cho thêm khoảng 700 mL chất tách nhựa vào và khuấy cho đến khi nhìn thấy nhựa trong dung dịch (chú thích 20).

Chú thích 19 – Sử dụng cồn là không bắt buộc. Sẽ không cần cồn với chất tách nhựa terpene.

Chú thích 20 – Nếu có thiết bị, có thể dùng bình rửa siêu âm thay cho cốc (Mục 24.2.1) và nhựa được chuyển thành dung dịch (Mục 24.2.2) trong thiết bị rửa.

PHƯƠNG PHÁP E-I

24.2.3 Sấy khô giấy lọc (có thể sử dụng nhiều hơn 1 tờ giấy lọc) đến khối lượng không đổi ở $110\pm 5^{\circ}\text{C}$, đặt tờ giấy lọc lên thiết bị tách (lưu ý đúng tâm) và vận chặt đai ốc (Chú thích 21).

Chú thích 21 – Kinh nghiệm thực tế cho thấy có thể làm giảm hiện tượng tắc giấy lọc bằng cách lọc dung dịch thu được qua hệ sàng 1.18 mm (No.16) và 0.075 mm (No.200) đặt trên tờ giấy lọc.

24.2.4 Cho máy hút chân không hoạt động và từ từ đổ dung dịch tách được từ bình đựng mẫu lên tờ giấy lọc. Khi tất cả dung dịch được lọc hết thì có thể tắt máy hút chân không hoặc tiếp tục cho hoạt động.

24.2.5 Đổ 700 mL dung môi vào trong bình đựng mẫu. Quấy mạnh tay cho đến khi nhựa và cốt liệu mịn xuất hiện hiện tượng huyền phù. Lặp lại Mục 24.2.4.

24.2.6 Lặp lại Mục 24.2.5 cho đến khi dung dịch có màu vàng rơm và cốt liệu sạch (quan sát bằng mắt). Có thể điều chỉnh dòng chảy của dung môi chậm lại để quan sát màu của nó bằng cách mở to sau đó vận nhỏ lại van chân không. Nếu sử dụng dung môi terpene, rót toàn bộ dung dịch thu được qua giấy lọc và cho máy hút chân không hoạt động cho đến khi toàn bộ dung dịch chảy hết qua giấy lọc. Lặp lại Mục 24.2.5 và 24.2.4 bằng cách sử dụng nước, tốt nhất là nước có nhiệt độ trên 43°C (110°F) một số lần cần thiết để rửa sạch terpene dính bám trên bề mặt cốt liệu. Cho máy hút chân không hoạt động thêm một số phút sau lần rửa cuối cùng để hỗ trợ cho việc làm khô mẫu. Gạt phần cốt liệu có ở phần mép của vòng phễu vào giữa tờ giấy lọc để tránh làm thất thoát phần cốt liệu này khi lấy phễu ra. Rửa phễu để thu lại phần cốt liệu mịn có dính bám trên phễu. Dừng máy hút chân không và tháo vòng ra, dùng bàn chải lông cứng cọ để làm bong những hạt cốt liệu bám chặt vào phễu, cốt liệu thu được được cho vào khay đựng cốt liệu. Cầm vào hai mép đối diện và giữ tờ giấy lọc ở vị trí thẳng đứng, lắc nhẹ tay để cốt liệu rơi vào khay đựng mẫu, dùng bàn chải lông chải nhẹ để những hạt cốt liệu mịn dính bám trên mặt tờ giấy lọc rơi xuống khay đựng mẫu. Cách khác là đựng toàn bộ cốt liệu vào một khay, tờ giấy lọc vào một khay riêng hoặc đựng toàn bộ cốt liệu vào một khay sau đó đặt tờ giấy lọc lên trên. Trong mọi trường hợp phải đảm bảo rằng toàn bộ cốt liệu mịn trong mẫu thí nghiệm được chuyển hết sang khay.

24.2.7 Sấy khô cốt liệu và tờ giấy lọc đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $110\pm 5^{\circ}\text{C}$ (Chú thích 22).

Chú thích 22 – Xem phương pháp thí nghiệm ở Mục 11.5.1 nếu sử dụng loại giấy lọc có hàm lượng tro thấp.

24.2.8 Cân xác định tổng khối lượng của giấy lọc, cốt liệu và khay đựng. Khối lượng cốt liệu được tính bằng cách lấy tổng khối lượng này trừ đi khối lượng của khay và giấy lọc.

24.2.9 Xác định khối lượng bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách theo một trong các phương pháp ở Mục 11.6 (Chú thích 23)

Chú thích 23 – Mục 24.2.9 và Mục 24.2.15 có thể bỏ qua khi phương pháp thí nghiệm này chỉ sử dụng cho mục đích kiểm soát hàm lượng nhựa có trong hỗn hợp bê tông nhựa trong quá trình xây dựng (kiểm soát tại nhà máy).

PHƯƠNG PHÁP E-II

24.2.10 Để triết xuất hỗn hợp có tính lọc chậm một cách hiệu quả, chuẩn bị mẫu thí nghiệm theo Mục 24.2.1 và Mục 24.2.2.

24.2.11 Sấy khô giấy lọc đến khối lượng không đổi ở $110\pm 5^{\circ}\text{C}$, đặt tờ giấy lọc lên thiết bị tách (chú ý đúng tâm) và vặn chặt đai ốc (Chú thích 21).

24.2.12 Cân từ 50-200 g chất trợ giúp lọc cát diatomaceous silica đã được sấy khô vào trong bình thủy tinh thót cổ 1000 mL ghi lại khối lượng, cho 500 mL dung môi tách nhựa vào. Khuấy cho tới khi cát được trộn đều hoàn toàn.

24.2.13 Ngay lập tức rót hỗn hợp lên bề mặt tờ giấy lọc. Hai giấy lọc khô được phân tách nhau bằng cách thêm từ 50-100 g đất diatomaceous silica có thể được sử dụng để giữ những hạt vật liệu nhỏ hơn 0.075 mm (No.200), nếu cần thiết, để làm cho dòng chảy chất lỏng dễ hơn. Cho máy hút chân không hoạt động cho đến khi bề mặt bánh đa cát hình thành trên tờ giấy lọc khô và bắt đầu xuất hiện vết nứt (Chú thích 24).

Chú thích 24 – Có thể có một ít cát bị rửa trôi qua giấy lọc lẫn trong bột khoáng xác định được trong Mục 24.2.15. Thí nghiệm riêng không đi kèm tách nhựa được khuyến nghị để xác định lượng cát diatomaceous silica bị mất qua giấy lọc nếu có, để tiến hành điều chỉnh.

24.2.14 Đặt tấm kính vào trong thiết bị tách nhựa và gạt nhẹ nhàng dung dịch có trong bình chứa qua tấm kính (Chú thích 25). Dùng hút chân không khi tất cả dung dịch đã chảy hết qua giấy lọc. Lặp lại Mục 24.2.5 nhưng bỏ qua việc gạt dung dịch qua tấm kính. Hoàn thành công tác thí nghiệm như mục 24.2.6. Dùng dung môi rửa sạch tấm kính, dung dịch rửa được đổ qua giấy lọc.

Chú thích 25 – Trường hợp có sử dụng các sàng, có thể không cần sử dụng tấm kính.

24.2.15 Xác định khối lượng bột khoáng có trong dung dịch thu được sau khi tách nhựa bằng một trong các cách trình bày tại Mục 11.6 (Chú thích 23).

25 TÍNH TOÁN HÀM LƯỢNG NHỰA (ÁP DỤNG CHO CẢ PHƯƠNG PHÁP E-I VÀ E-II)

25.1 Tính toán hàm lượng nhựa có trong mẫu thí nghiệm theo Mục 12.

26 ĐỘ CHÍNH XÁC VÀ SAI SỐ

26.1 Sai số tiêu chuẩn của 1 phòng thí nghiệm được tìm ra là 0.18%. Do đó kết quả của 2 thí nghiệm do cùng 1 người thực hiện trên cùng một mẻ sản phẩm không được sai khác nhau quá 0.52%. Các giá trị này lần lượt là 0.21 và 0.58 khi sử dụng chất tách dưới 85% terpene (Chú thích 26 và 27).

26.2 Sai số tiêu chuẩn của nhiều phòng thí nghiệm được tìm ra là 0.29%. Do đó kết quả của 2 thí nghiệm do 2 phòng thí nghiệm thực hiện trên cùng mẫu thử không được sai khác nhau quá 0.81%. Các giá trị này lần lượt là 0.29 và 0.83 khi sử dụng terpene (chú thích 26 và 27).

Chú thích 26 – Những con số này thể hiện các giới hạn 1S và D2S như quy định tại ASTM C670.

Chú thích 27 – Những nhận xét về độ chính xác này được dựa trên các cặp mẫu tham khảo với 59 phòng thí nghiệm tham gia và 3 kết quả thí nghiệm bị loại bỏ do sai số thô quan sát được. Các mẫu tham khảo có cốt liệu với 98% lọt qua sàng 9.5 mm. Tất cả các phương pháp thí nghiệm được thực hiện trong chương trình thí nghiệm này.