

Tiêu chuẩn thí nghiệm

Xác định hàm lượng polimer có trong nhựa đường polimer và sản phẩm thu được sau khi chưng cất nhũ tương nhựa đường polimer

AASHTO T 302 – 05

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.

Style Definition: Heading 4: Indent: Left: 0", Hanging: 0.59"

Formatted: Left: 0.79", Right: 0.47", Bottom: 0.86", Section start: Odd page

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Style1, Left, Space Before: 0 pt, Line spacing: single, Tab stops: Not at 4.38" + 6.5"

Formatted: Border: Top: (No border)

Formatted: Font: (Default) Arial

Tiêu chuẩn thí nghiệm

Xác định hàm lượng polimer có trong nhựa đường polimer và sản phẩm thu được sau khi chưng cất nhũ tương nhựa đường polimer

AASHTO T 302 – 05

1 PHẠM VI ÁP DỤNG

1.1 Phương pháp thí nghiệm này dùng để xác định hàm lượng phần trăm của polimer SBR (Styrene-Butadiene-Rubber), SB (Styrene-Butadiene), hoặc SBS (Styrene-Butadiene-Styrene) có trong nhựa đường polimer hoặc có trong sản phẩm thu được sau khi chưng cất nhũ tương polimer. Bằng cách sử dụng quang phổ hồng ngoại và các nguyên tắc của định luật Beer, hàm lượng polimer có trong vật liệu nhựa có thể xác định được.

1.2 Với phương pháp thí nghiệm này yêu cầu thiết bị dùng để phân tích phải được vận hành bởi người có kinh nghiệm theo đúng hướng dẫn của nhà sản xuất để có được kết quả tối ưu. Khuyến cáo người thực hiện thí nghiệm phải hiểu rõ việc phân tích phổ hồng ngoại.

1.3 *Tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, hoạt động hoặc thiết bị có tính chất nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không nhằm mục đích giải quyết tất cả các vấn đề về an toàn, nếu có, liên quan đến việc sử dụng tiêu chuẩn này. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là phải xây dựng tiêu chuẩn phù hợp về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như xác định khả năng áp dụng những giới hạn điều chỉnh trước khi sử dụng.*

2 TÀI LIỆU VIỆN DẪN

2.1 *Tiêu chuẩn AASHTO:*

- M 231, Cân dùng cho thí nghiệm vật liệu
- T 59, Thí nghiệm nhũ tương nhựa đường

2.2 *Các tài liệu khác:*

- Sổ tay người sử dụng thiết bị đo ảnh phổ hồng ngoại

3 DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

3.1 Cân – Thỏa mãn yêu cầu của M231, Loại G1.

3.2 Bình đựng – dùng để phối trộn vật liệu nhựa với polimer, hộp kim loại 0.47 L có nắp đậy là phù hợp.

Formatted: Font: 22 pt

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: English (Australia)

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Border: Top: (No border)

Formatted: Font: (Default) Arial

3.3 Máy trộn có tốc độ thay đổi.

Formatted: Portuguese (Brazil)

3.4 Dây mai-xo dùng để ra nhiệt có biến trở thay đổi được.

3.5 Nhiệt kế dùng để xác định nhiệt độ nằm trong khoảng từ 4-305°C (40-580°F).

3.6 Tủ sấy chân không nhiệt độ cao (nếu cần làm bay hơi nước còn đọng lại).

3.7 Thiết bị đo ảnh phổ hồng ngoại hoặc quang phổ kế hồng ngoại Fo-ri-ê có khả năng đo được quang phổ trong phạm vi từ 1800 – 600 cm⁻¹.

3.8 Các tấm hồng ngoại – các tấm sodium chloride hoặc potassium chloride được đánh bóng, hoặc loại phù hợp khác dùng để đổ mẫu đã được chiếu hồng ngoại. Nếu thí nghiệm sử dụng phương pháp phân xạ toàn phần đã được làm yếu (ATR), thì phải cần thiết bị ATR và pha lê thích hợp.

Formatted: Font color: Auto, Portuguese (Brazil)

Formatted: Portuguese (Brazil)

3.9 Thí nghiệm bằng phương pháp dung môi pha loãng

3.9.1 Bình thủy tinh nhỏ để đựng mẫu

3.9.2 Ống nhỏ giọt

Formatted: English (United States)

3.9.3 Đèn chiếu hồng ngoại

3.9.4 Dung môi

Chú thích 1 – Trichloroethane, mác kỹ thuật, hoặc Tetrahydrofuran (THF) là dung môi phù hợp cho thí nghiệm này và chúng không nhiễu với phổ hồng ngoại. Các dung môi phù hợp khác cũng có thể được sử dụng.

Formatted: Note1, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

3.10 Thí nghiệm bằng ATR

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

3.10.1 Giấy release (giấy sáp hoặc loại phù hợp khác)

Formatted: Bullets and Numbering

3.10.2 Bay – dùng bay phù hợp để dàn nhựa đường nóng hoặc nhũ tương

3.10.3 Dung môi – dung môi phù hợp dùng để lấy vật liệu thí nghiệm ra khỏi tấm hồng ngoại

4 CHUẨN BỊ CÁC MẪU KIỂM SOÁT

Formatted: Portuguese (Brazil)

4.1 Chuẩn bị 1 tập các chuẩn bao phủ toàn bộ phạm vi từ 0-5% polimer theo khối lượng (chất rắn cao su) theo Công thức 1.

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Chú thích 2 – Các chuẩn được tính theo % khối lượng/khối lượng. Phần trăm được tính toán dựa trên khối lượng của polimer và khối lượng của nhựa đường hoặc khối lượng còn lại của nhũ tương nhựa đường được chưng cất. Nếu chất polimer ở dạng nhũ tương và / hoặc các chuẩn được xác định theo nhũ tương nhựa đường, thì phải xác định chính xác chất rắn cao su và / hoặc phần trăm chất còn lại thu được sau khi chưng cất nhũ tương nhựa đường để chuẩn bị các chuẩn chính xác.

Formatted: Note1, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

4.2 Công thức này giả định rằng không có polimer trong nhựa đường hoặc nhũ tương nhựa đường (A) và toàn bộ chất làm thay đổi polimer là (D):

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

$$E = B.A.C / [(100-B).D] \quad (1)$$

Trong đó:

A là khối lượng của nhựa đường hoặc nhũ tương nhựa đường (g)

B là phần trăm polimer chuẩn (ví dụ: 1, 2, 3, ...)

C là phần trăm chất cặn còn lại thu được (được xác định theo T59 đối với nhũ tương nhựa đường, trong trường hợp khác là 100)

D phần trăm chất rắn cao su trong chất làm thay đổi polimer (được xác định đối với các polimer nhũ tương, trong trường hợp khác là 100)

E là khối lượng của chất làm thay đổi polimer (g)

4.3 Đối với mỗi chuẩn, cân khối lượng đã được tính toán của nhựa đường hoặc nhũ tương nhựa đường cần thiết cho vào bình đựng phù hợp để trộn. Để cho vật liệu thích hợp có thể trộn lẫn hoàn toàn các chuẩn.

4.4 Đun nóng nhựa cho đến khi chảy lỏng ở nhiệt độ không quá 163°C (325°F). Đối với nhũ tương, nên đun đến 82±1°C (180±2°F).

4.5 Trong khi đang duy trì nhiệt độ và thiết bị trộn đang hoạt động, cho từ từ khối lượng đã được tính toán chất làm thay đổi polimer tương ứng với mỗi chuẩn vào bình đựng nhựa đường hoặc nhũ tương nhựa đường đã biết khối lượng. Để cho các vật liệu trộn đều.

Chú thích 3 – Việc cho thêm polimer rắn vào có thể cần làm nóng và trộn thêm. Việc cho thêm vật liệu một cách từ từ có thể là cần thiết. Việc cho thêm các polimer đã được nhũ hoá vào trong nhựa đã được đun nóng nên thực hiện chậm để tránh hiện tượng sôi quá.

5 CHUẨN BI CÁC MẪU POLIMER – PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM SỬ DỤNG DUNG MÔI PHA LỎNG

5.1 Đun nóng nhựa cho đến khi chảy lỏng ở nhiệt độ không quá 163°C (325°F). Đối với nhũ tương, nên đun đến 82±1°C (180±2°F), khuấy đều để mẫu đồng nhất.

5.2 Sau khi mẫu được khuấy đồng nhất, lấy khoảng 1g cho vào bình thủy tinh.

5.3 Nếu có bất kỳ ít nước nào có ở trong mẫu, thì phải đặt bình đựng mẫu vào trong tủ sấy chân không có áp suất chân không khoảng 20 mmHg, nhiệt độ 104±2°C (220±4°F) cho đến khi khối lượng không đổi.

5.4 Sau khi sấy khô, lấy bình đựng mẫu ra khỏi tủ sấy và để nguội đến nhiệt độ phòng.

5.5 Cho 10 mL dung môi vào từng bình đựng mẫu.

5.6 Lắc bình đựng mẫu cho đến khi mẫu được hoà tan hoàn toàn.

Formatted: Style4, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

Formatted: Style4, Left, Indent: Left: 0", First line: 0", Line spacing: single

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Note1, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

Formatted: French (France)

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Border: Top: (No border)

Formatted: Font: (Default) Arial

5.7 Dùng ống nhỏ giọt và nhỏ từng giọt vật liệu đã được pha loãng bằng dung dịch lên trên các tấm hồng ngoại đã được chuẩn bị sẵn để tạo thành lớp mỏng đều trên toàn bộ bề mặt.

Chú thích 4 – Cần khoảng từ 5-9 giọt vật liệu đã được pha loãng cho lên bề mặt tấm hồng ngoại kích cỡ 38x19 mm (1.5 in. x 0.75 in.) để tạo ra lớp màng có chiều dày phù hợp. Sử dụng tỷ số giữa Polymer cao nhất được chỉ định và nhựa đường cao nhất để triết tiêu các sai lệch gây ra do bề dày của màng.

Formatted: French (France)

Formatted: Note1, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

5.8 Để cho dung môi bay hơi ở nhiệt độ phòng, hoặc để tấm hồng ngoại dưới đèn trong khoảng 10 phút để làm bay hơi hết dung môi còn lại. Dung môi còn lại bay hơi hoàn toàn sẽ tránh làm lẩn khi so quang phổ.

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

6. TRÌNH TỰ – THÍ NGHIỆM BẰNG PHƯƠNG PHÁP ATR

Formatted: Portuguese (Brazil)

6.1 Làm nóng nhựa đường, hoặc nếu thí nghiệm mẫu nhũ tương nhựa đường thì làm nóng chất còn lại thu được sau làm bay hơi nhũ tương nhựa đường (theo T59) cho đến khi chảy lỏng ở nhiệt độ không vượt quá 163°C (325°F), khuấy đều để mẫu đạt độ đồng nhất.

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

6.2 Đổ vật liệu đã được đun nóng, dùng bay để dàn phẳng, lên một tờ giấy được cắt rộng hơn bề mặt của tấm thủy tinh ATR. Dùng vật liệu đủ để phủ lên toàn bộ bề mặt tấm thủy tinh. Chiều dày của nhựa phủ lên tờ giấy khoảng 1mm là phù hợp.

6.3 Chuẩn bị tấm thủy tinh ATR theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

6.4 Để cho vật liệu nguội trong khoảng thời gian vài phút trước khi dán cho bề mặt nhựa tiếp xúc trực tiếp với mặt trên của tấm thủy tinh ATR đã được chuẩn bị. Dùng ngón tay ấn lên mặt trên của vật liệu nhựa đường để đẩy toàn bộ các bong bóng khí ra ngoài. Vật liệu phải được tiếp xúc hoàn toàn với tấm thủy tinh mà không có bong bóng khí nào.

Chú thích 5 – Việc đổ vật liệu quá nóng hoặc ấn quá mạnh tay lên tấm thủy tinh có thể làm tấm thủy tinh bị nứt, do vậy cần thực hiện theo đúng hướng dẫn của nhà sản xuất.

Formatted: French (France)

Formatted: Note1, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

7. THU THẬP VÀ PHÂN TÍCH DỮ LIỆU

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

7.1 Phân tích các chuẩn:

Formatted: Bullets and Numbering

7.1.1 Sử dụng phương pháp dung môi pha loãng hoặc ATR, thu nhận quang phổ trên tấm hồng ngoại hoặc tấm thủy tinh ứng với mỗi chuẩn. Kiến nghị thu thập quang phổ nền trước khi phân tích mẫu.

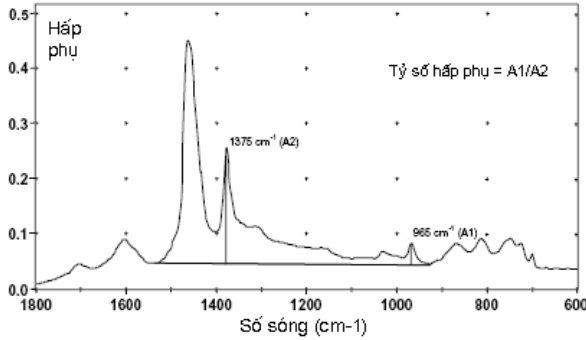
Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

7.1.2 Kết hợp đỉnh

Chú thích 6 – Phổ kế hồng ngoại cũng có thể được trang bị cùng với phần mềm để xác định số lượng của 1 đỉnh hoặc của nhiều đỉnh bằng cách sử dụng chiều cao đỉnh hoặc diện tích đỉnh. Có thể cần thiết phải hiệu chỉnh các đường cơ sở quang phổ để tinh tiến và / hoặc làm nghiêng.

Formatted: Note1, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

7.1.2.1 Đối với phương pháp dung môi pha loãng, xác định độ hút nước ở 965 cm^{-1} đối với chất làm thay đổi polimer (SBR, SB hoặc SBS) và ở 1375 cm^{-1} đối với nhựa đường hoặc chất còn lại thu được sau khi chưng cất nhũ tương nhựa đường cho mỗi chuẩn. Chia giá trị của đỉnh 965 cm^{-1} (A1) cho giá trị của đỉnh tại 1375 cm^{-1} (A2) để được tỷ số giá trị đỉnh liên quan (A1/A2) cho mỗi chuẩn. Xem ví dụ trong Hình 1.



Hình 1- Hình ảnh quang phổ của vật liệu nhựa polimer

7.1.2.2 Đối với phương pháp ATR, xác định diện tích đỉnh tại 965 cm^{-1} đối với chất làm thay đổi polimer (SBR, SB hoặc SBS). Trong phương pháp này, quang phổ thu được độc lập với chiều dày mẫu do đó không cần thiết phải đánh giá tại đỉnh ở 1375 cm^{-1} .

7.1.2.3 Vẽ tỷ số giá trị đỉnh liên quan (A1/A2) xác định được trong phương pháp dung môi pha loãng với phần trăm hàm lượng polimer hoặc vẽ diện tích đỉnh xác định được trong phương pháp ATR với phần trăm hàm lượng polimer của mỗi chuẩn.

7.1.2.4 Vẽ 1 đường cong phù hợp nhất với các dữ liệu để có được đường cong chuẩn. Xem ví dụ về phương pháp dung môi pha loãng trong Bảng 1 và Hình 2.

Bảng 1 – Các dữ liệu điển hình để có đường cong chuẩn theo phương pháp dung môi pha loãng

Chuẩn, % polimer	Tỷ số hấp phụ (A1/A2)
0	0.02
1	0.065
2	0.11
3	0.155
4	0.20
5	0.245

Formatted: Heading 4, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial, Bold

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: English (United States)

Formatted: Heading 4, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Table Headings, Left, Indent: Left: 0", Line spacing: single

Formatted: Table style1, Left, Line spacing: single

Formatted Table

Formatted: Table Style2, Line spacing: single

Formatted: Table Style2, Line spacing: single

Formatted: Table Style2, Line spacing: single

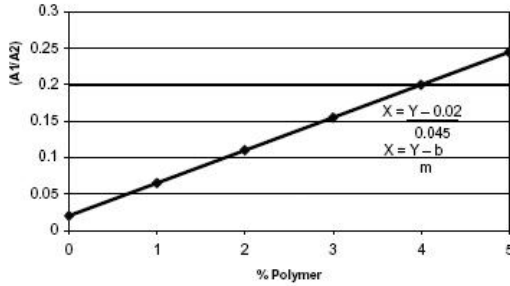
Formatted: Table Style2, Line spacing: single

Formatted: Table Style2, Line spacing: single

Formatted: Table Style2, Line spacing: single

Formatted: Border: Top: (No border)

Formatted: Font: (Default) Arial



Hình 2 – Phần trăm hàm lượng polimer và tỷ số hút nước (A1/A2) – phương pháp dung môi pha loãng

7.2 Phân tích mẫu thí nghiệm:

7.2.1 Phân tích từng mẫu thí nghiệm theo các mục cho từng phương pháp thí nghiệm sử dụng từ Mục 7.1.1 đến 7.1.2.2 và xác định tỷ số A1/A2 hoặc diện tích đỉnh của từng mẫu thí nghiệm.

7.2.2 Sử dụng các thông tin đường cong chuẩn để tính toán phần trăm hàm lượng polimer của mẫu thí nghiệm. Sử dụng các thông tin đường cong chuẩn để tính toán phần trăm polimer của mẫu thí nghiệm.

8 BÁO CÁO

8.1 Các giá trị xác định được về hàm lượng polimer được báo cáo chính xác đến 0.1%.

9 ĐỘ CHÍNH XÁC VÀ SAI SỐ

9.1 Chưa có thông tin nào về đánh giá độ chính xác và độ lệch

Tiêu chuẩn Phương pháp thí nghiệm tiêu chuẩn

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: Bold

Formatted: Style8, Indent: Left: 0", Line spacing: single

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Heading 1, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Line spacing: single, No bullets or numbering

Formatted: Font: (Default) Arial