

TIÊU CHUẨN NGÀNH

22TCN 63:1984

QUI TRÌNH THÍ NGHIỆM VẬT LIỆU NHỰA ĐƯỜNG

(Ban hành theo quyết định số 2916/KHKT ngày 21-12-1984)

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Nhựa đường là một loại chất dính kết hữu cơ được dùng trong xây dựng các lớp áo đường dưới 3 hình thức khác nhau:

- Nhựa đặc.
- Nhựa lỏng (được chế tạo trong quá trình chưng cất dầu mỏ hoặc từ nhựa đặc pha với dầu).
- Nhũ tương nhựa đường.

Tùy theo nguồn gốc cấu tạo, nhựa đặc được phân chia thành hai loại: nhựa đường đặc bitum (tiêu biểu là nhựa đường gốc dầu hỏa) và nhựa đường đặc hắc ín (tiêu biểu là nhựa gốc than không bị xăng dầu hòa tan).

Tùy theo điều kiện chế tạo, nhựa đặc bitum lại được phân nhỏ thành nhiều loại có độ kim lún nằm trong những khoảng khác nhau và nhựa đặc hắc ín thì được phân nhỏ thành nhiều loại tùy theo khoảng độ nhớt khác nhau.

Tùy theo khả năng đông đặc nhựa lỏng được phân thành ba loại: đông đặc nhanh, đông đặc vừa và đông đặc chậm. Mỗi loại lại được phân nhỏ hơn theo độ nhớt khác nhau.

Nhũ tương nhựa đường có hai loại: Nhũ tương nhựa đường thuận và nhũ tương nhựa đường nghịch. Quy trình này chỉ đề cập tới các loại nhũ tương thuận kèm dính bám tốt với đá gốc vôi, và nhũ tương thuận axit, dính bám tốt với đá gốc silic. Tùy theo tốc độ phân tách, mỗi loại này lại được phân nhỏ hơn thành ba loại: phân tách nhanh, phân tách vừa và phân tách chậm.

1.2. Các loại nhựa đặc Bitum, nhựa đặc hắc ín, nhựa lỏng, hay nhũ tương nhựa đường phải đảm bảo các chỉ tiêu cơ lý nhất định quy định cho từng loại (xem các phụ lục 1,2,3,4) để phát huy được tính chất kết dính của chúng trong các hỗn hợp vật liệu mặt đường.

1.3. Quy trình này quy định những phương pháp thí nghiệm để xác định một số chỉ tiêu cơ lý cơ bản của các loại nhựa đặc bitum, nhựa đặc hắc ín, nhựa lỏng, và nhũ tương nhựa đường dùng trong việc xây dựng mặt đường ô tô.

1.4. Người lấy mẫu thí nghiệm phải là cán bộ kỹ thuật hay công nhân kỹ thuật có hiểu biết về tính năng, đặc điểm của vật liệu.

Đối với mỗi loại vật liệu, phải lấy đồng thời 2 mẫu: mẫu chính và mẫu phụ, với trọng lượng quy định như sau:

Chất dính kết nhựa đường	Mẫu chính	Mẫu phụ
Các loại nhựa đặc và nhựa lỏng	4kg	2kg
Các loại nhũ tương nhựa đường	6kg	3kg

Các mẫu phải lấy cùng ở vị trí và có cùng một tính chất như nhau. Mẫu chính được dùng cho thí nghiệm. Mẫu phụ được lưu trữ lại để dùng làm các thí nghiệm bổ sung khi cần thiết.

Khi giữ mẫu để thí nghiệm, phải có phiếu mẫu ghi rõ:

- Nơi lấy mẫu:
- Ngày lấy mẫu:
- Phương pháp lấy mẫu:
- Số lượng mẫu:
- Đặc điểm sơ bộ của mẫu:
- Đặc điểm thời tiết khi lấy mẫu (mưa, gió, nắng...)
- Người lấy mẫu:
- Cơ quan lấy mẫu:
- Yêu cầu thí nghiệm:

1.5. Phương pháp lấy mẫu thí nghiệm quy định như sau^(*):

^(*) Điều 1.5 được thay thế bằng quy trình mới, ban hành tháng 6 năm 1996 (22 TCN 231-96).

Đối với nhựa lỏng đựng trong thùng hay bể chứa (nếu chưa đủ lỏng thì hâm nóng lên để lấy mẫu) dùng gáo múc hay bơm để lấy mẫu ở cách thành thùng ít nhất là 10 cm và cách mặt thùng ít nhất là 20 cm (hay ít nhất là 1/3 chiều cao của nhựa lỏng có trong thùng). Đối với loại nhựa đặc, thì cũng lấy mẫu tương tự như trên bằng xẻng con, đục hay dao vòng hơ nóng. Cứ khoảng 100 thùng nhựa thì lấy mẫu ở 2 thùng, trong mỗi thùng phải lấy 1 mẫu chính và 1 mẫu phụ (như ở 1.4): mẫu ở thùng thứ hai là mẫu dự bị, chỉ dùng khi kết quả thí nghiệm của mẫu ở thùng thứ nhất quá sai lệch so với yêu cầu kỹ thuật chung của loại vật liệu đó.

Đối với nhũ tương nhựa đường, phải vớt hết váng nhựa và nguấy đảo đều nhũ tương trước khi lấy mẫu.

Phải đựng mẫu thí nghiệm trong các bình thủy tinh sạch, kín hoặc trong các hộp kim loại không gỉ và không được sơn ở phía trong (phía tiếp xúc với mẫu). Trước khi dùng để đựng mẫu nhũ tương, các bình chứa được tráng rửa lại bằng chính loại nhũ tương đó. Đối với các mẫu nhựa đặc, có thể dùng giấy không thấm nước, như giấy bao xi măng để bao gói.

1.6. Trước khi thí nghiệm, phải loại bỏ các tạp chất có trong mẫu bằng cách chọn lọc qua rây 0,5 mm để loại bỏ phần cặn ở trên rây. Nhiệt độ lọc nhựa và chế bị nhựa vào khuôn được quy định như sau:

- Nhựa đặc các loại: $110^{\circ}\text{C} \div 160^{\circ}\text{C}$
- Nhựa lỏng các loại: $80^{\circ}\text{C} \div 105^{\circ}\text{C}$
- Nhũ tương nhựa đường: $18^{\circ}\text{C} \div 30^{\circ}\text{C}$

1.7. Trước và sau khi thực hiện mỗi hạng mục thí nghiệm phải làm vệ sinh các thiết bị, dụng cụ thí nghiệm; phải dùng giẻ mềm thấm ẩm bằng dầu hỏa để lau chùi sạch sẽ các thiết bị, dụng cụ tiếp xúc với nhựa.

1.8. Muốn có loại nhựa loãng bằng cách pha dầu vào nhựa đặc bitum theo một tỷ lệ định sẵn, cần thực hiện phương pháp như sau:

- Đổ dầu (dầu hỏa, diêden...) với khối lượng yêu cầu vào thùng quấy để xa bếp lửa tối thiểu 5cm.
- Đun nóng nhựa đặc với khối lượng yêu cầu trên bếp lửa tới $120^{\circ}\text{C} \div 140^{\circ}\text{C}$ để nhựa chuyển sang trạng thái lỏng hoàn toàn. Trường hợp quá 140°C thì phải để hạ xuống 140°C .
- Rót từ từ nhựa vào thùng nguấy. Đồng thời dùng gậy nguấy đều tay, liên tục. Sau khi rót hết nhựa vẫn tiếp tục nguấy từ 45 gy ÷ 60 gy nữa.

Trường hợp dùng thùng máy nguấy cơ giới thì tốc độ cánh quạt nguấy từ 60 ÷ 80 vòng/phút.

Khi hỗn hợp thu được có dạng lỏng đều khi còn nóng và trở thành một thể đồng nhất sau khi nguội là đạt yêu cầu.

II. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM

2.1. Xác định độ kim lún

2.1.1. Loại nhựa thí nghiệm: Nhựa đặc bitum; nhựa lỏng (sau khi đã chưng cất tới 360°C); nhũ tương nhựa đường (sau khi đã tách nước ra khỏi nhũ tương).

Thiết bị thí nghiệm

2.1.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm gồm có:

- Máy đo độ kim lún (với kim tiêu chuẩn nặng 100gam),
- Đồng hồ bấm giây,
- Nhiệt kế 50°C , có độ chính xác $0,1^{\circ}\text{C}$,
- Nhiệt kế 50°C , có độ chính xác $0,1^{\circ}\text{C}$,
- Chậu nhôm đáy phẳng, đường kính 55mm, cao 35 mm,
- Hộp nhôm có đường kính 150 mm, cao 80mm,
- Chậu đựng nước có dung tích 15 lít.

2.1.3. Khi thí nghiệm, phải chuẩn bị sẵn nước đá và nước sôi để điều chỉnh nhiệt độ.

Trình tự thí nghiệm

2.1.4. Đổ mẫu nhựa đã chuẩn bị sẵn vào chén nhôm đến cách miệng chén khoảng 5mm. Để nguội trong không khí ít nhất là 1 giờ rồi ngâm chén mẫu vào chậu đựng nước có nhiệt độ 25°C trong 1 giờ nữa với điều kiện mặt mẫu phải ngập dưới mặt nước ít nhất là 20mm và đáy chén nhôm phải kê cách đáy chậu nước ít nhất là 5mm.

Đổ nước có nhiệt độ $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ vào hộp nhôm và đặt chén mẫu vào trong hộp sao cho mặt mẫu nằm dưới mặt nước trong hộp ít nhất là 10 mm để chuẩn bị làm thí nghiệm.

2.1.5. Điều chỉnh máy đo độ kim lún cho bằng phẳng, đặt hộp nhôm có chứa chén mẫu ngâm trong nước vào để máy.

Điều chỉnh cho kim vừa sát mặt mẫu và cách thành chén ít nhất là 10mm.

Điều chỉnh cho đầu nút của thước đo chạm sát vào đầu kim, điều chỉnh cho kim quay trên bảng chỉ về số không và vặn chặt chốt giữ kim lại. Kiểm tra lại nhiệt độ của nước.

Ấn nút để kim rơi tự do vào mẫu nhựa, sau đúng 5 giây thì buông tay khỏi nút, kéo thước đo cho chạm sát với đầu kim rồi đọc trị số độ lún chỉ trên bảng.

2.1.6. Lau sạch mũi kim bằng giẻ mềm, thấm ẩm dầu hỏa và lại tiếp tục làm lại như trên tại các điểm thí nghiệm khác ở cách nhau ít nhất là 10mm.

Kết quả thí nghiệm:

2.1.7. Độ kim lún, tính theo đơn vị 1/10 mm, là trị số trung bình của các kết quả đọc được trong 3 lần đo đối với cùng một mẫu thử.

Tùy theo tính chất của nhựa, sai số cho phép giữa các lần đo quy định như sau:

Nếu mẫu nhựa có độ kim lún (1/10 mm)	Độ chênh lệch giữa các lần đo không được quá (1/10mm)
160 ÷ 320	10
75 ÷ 160	5
25 ÷ 75	3
< 25	1

2.2. Xác định độ kéo dài

Thiết bị thí nghiệm

2.2.1. Loại nhựa thí nghiệm: nhựa bitum, nhựa lỏng (sau khi chưng cất tới 360°C).

2.2.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm gồm có:

- Máy kéo dài có tốc độ kéo dài: 5cm ± 0,5 cm/phút
- 3 khuôn mẫu bằng đồng,
- Nhiệt kế 50°C có độ chính xác 0,1°C,
- Chậu đựng nước có dung tích 15l,
- Đèn cồn hay bếp dầu hỏa,
- Dao cắt nhựa.

2.2.3. Khi thí nghiệm, cần phải chuẩn bị sẵn:

- Va dơ lin để bôi trơn;
- Nước đá và nước sôi để điều chỉnh nhiệt độ.

Trình tự thí nghiệm

2.2.4. Xoa đều vadolin vào khuôn; chú ý là ở phía trong khuôn thì chỉ xoa ở các phần tiếp giáp giữa khuôn với nhau mà không xoa ở phần tiếp giáp giữa khuôn với nhựa.

Đổ mẫu nhựa đã chuẩn bị và đã được hâm nóng đến nhiệt độ quy định vào khuôn. Sau đó, để nguội ở nhiệt độ bình thường ít nhất trong 30 phút rồi dùng dao hơ nóng gạt phẳng mặt nhựa ở khuôn.

Đổ nước ở nhiệt độ 25°C + 05°C vào máy kéo dài, nước phải ngập trên khung kéo ít nhất là 40mm.

Trường hợp mẫu nhựa có trọng lượng riêng dưới 1 thì pha rượu vào nước.

Trường hợp mẫu nhựa có trọng lượng riêng lớn hơn 1 thì pha muối ăn vào nước. Việc pha chế sao cho trọng lượng riêng của nước bằng trọng lượng riêng của nhựa.

2.2.5. Tháo hai tấm đệm phụ ở giữa khuôn ra, lắp mẫu vào máy để mẫu ngâm trong nước có nhiệt độ 25°C ± 0,5°C ít nhất là 30 phút rồi mới bắt đầu thí nghiệm (nếu mẫu đã ngâm trước trong nước ở nhiệt độ 25°C thì có thể bắt đầu thí nghiệm ngay).

Đóng công tắc cho máy kéo dài làm việc, theo dõi để ghi lại trị số độ dài của mẫu bị kéo dài ra khi mẫu vừa đứt theo số chỉ ở trên thước đo gắn ở thành máy kéo dài.

Kết quả thí nghiệm

2.2.6. Độ kéo dài, tính theo đơn vị cm, là trị số trung bình của các kết quả đọc được sau 3 lần thí nghiệm đối với 3 mẫu thử. Sai số cho phép giữa các lần thí nghiệm không được chênh lệch nhau quá 10%.

2.3. Xác định nhiệt độ mềm của nhựa (theo phương pháp vòng và bi).

2.3.1. Loại nhựa thí nghiệm: Nhựa đặc bitum, nhựa đặc hắc ín, nhựa lỏng sau khi đã chưng cất tới 360°C, nhũ tương nhựa đường (sau khi đã chưng cất tới 360°C).

Nhựa lỏng (sau khi đã lấy hết nước khỏi nhũ tương)

Thiết bị thí nghiệm

2.3.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm gồm có:

- 2 khuôn mẫu tròn để đổ nhựa,
- 2 viên bi tròn, nhẵn có đường kính $9,5 \pm 0,03$ mm và khối lượng $3,50 \pm 0,05$ g,
- Khung treo để đặt khuôn mẫu và bi,
- Bình thủy tinh hoặc cốc mở 1000ml,
- Dao cắt nhựa,
- Nhiệt kế thủy ngân 200°C, có độ chia 0,5°C,
- Đèn cồn hay bếp dầu hỏa có lưới amiăng, điều chỉnh được nhiệt độ.

2.3.3. Vật liệu cần dùng trong thí nghiệm gồm có:

- Nước lọc,
- Nước đá để khống chế nhiệt độ 5°C,
- Vadolín,
- Glyxêrin.

Trình tự thí nghiệm

2.3.4. Xoa dầu vadolin trên mặt tấm đồng để đặt khuôn. Đổ nhựa đã chuẩn bị và được hâm nóng đến nhiệt độ quy định và khuôn rồi để nguội trong không khí ở nhiệt độ bình thường ít nhất là 1 giờ. Dùng dao đã hơi nóng để gạt nhẵn mặt nhựa trên khuôn.

Điều chỉnh lại khoảng cách bi rơi ở giá treo đúng kích thước quy định.

Đổ nước lọc vào bình thủy tinh (hay cốc mở) đến mức độ quy định, dùng nước đá để điều chỉnh cho nhiệt độ đạt 5°C.

2.3.5. Lắp khuôn mẫu và nhiệt kế vào giá treo. Đặt các viên bi vào giá đỡ gác ở trên mặt mẫu, rồi nói các vít ở giá đỡ sao cho viên bi nằm đúng ở giữa mặt khuôn mẫu. Ngâm giá treo có lắp khuôn mẫu và bi vào trong bình thủy tinh đựng nước lọc ở 5°C ít nhất trong 15 phút với mực nước trên mặt nhựa không dưới 5cm rồi đặt bình thủy tinh lên trên bếp dầu. Để 1 phút cho giá treo ổn định rồi bắt đầu gia nhiệt với tốc độ tăng nhiệt độ $5^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ trong mỗi phút.

Quan sát thí nghiệm và ghi lại nhiệt độ khi viên bi vừa rơi chạm mặt thanh đáy của giá treo.

2.3.6. Nếu mẫu nhựa có nhiệt độ mềm vượt quá 80°C thì phải làm lại thí nghiệm bằng cách dùng glyxêrin ở 32°C thay cho nước lọc ở 5°C, trình tự thí nghiệm cũng tương tự như khi dùng nước lọc.

Kết quả thí nghiệm

2.3.7. Nhiệt độ mềm của mẫu thử là trị số trung bình của nhiệt độ quan sát được khi 2 viên bi lần lượt rơi khỏi 2 khuôn mẫu lắp trên giá treo. Sai số về nhiệt độ khi 2 viên bi rơi trong thí nghiệm không được vượt quá 0,5°C.

2.4. Xác định độ dính bám với đá (phương pháp Losatoliê)

2.4.1. Loại nhựa thí nghiệm: nhựa đặc bitum, hắc ín, nhựa loãng; nhựa nhũ tương.

Thiết bị thí nghiệm

2.4.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm gồm có:

- Cốc mở 1000ml,
- Bếp điện hay bếp dầu,
- Đồng hồ bấm giây, tủ sấy,
- Chỉ để buộc,
- Giá treo mẫu.

2.4.3. Ngoài mẫu nhựa, phải chuẩn bị 20 viên đá với cỡ 20x40mm để nhúng vào nhựa.

Trình tự thí nghiệm

2.4.4. Chọn mẫu đá dăm (gốc vôi) hoặc đá sỏi (gốc silic) kích cỡ 30 ÷ 40mm với khối lượng không ít hơn 10 viên. Dùng nước rửa sạch, sấy khô ở 105°C tới khi ổn định về trọng lượng:

- Buộc dây vào từng hòn đá đưa vào tủ sấy trong 1 giờ tới nhiệt độ làm việc của loại nhựa dùng thí nghiệm (bitum hoặc hắc ín).

2.4.5. Nhúng từng hòn đá vào nhựa cũng đã được đun nóng tới nhiệt độ làm việc. Thời gian nhúng 15 giây.

- Treo những hòn đá đã nhúng nhựa lên giá trong 15 phút, để nhựa thừa chảy bớt và đá nguội đi (với nhựa lỏng thì căn cứ độ đông đặc để có thể thêm thời gian treo).

- Nhúng từng viên đá vào cốc mỡ có nước cất đã đun sôi trong 3 phút. Trong thời gian đá ở trong nước sôi, nó không được chạm vào thành cốc. Riêng thí nghiệm với nhựa nguội nhũ tương thì đá sau khi đã sấy khô, không phải làm nóng và nhựa cũng không phải đun nóng.

2.4.6. Sau đó nhấc các hòn đá ra và quan sát ngay từng hòn, đánh giá độ dính bám của nhựa trên mặt hòn đá theo 5 cấp quy định.

Kết quả thí nghiệm

2.4.7. Độ dính bám của nhựa với đá vôi được đánh giá theo 5 cấp như sau:

- **Cấp 5:** Màng nhựa còn lại đầy đủ bao bọc toàn bộ bề mặt viên đá dính bám rất tốt.

- **Cấp 4:** Màng nhựa lẫn vào nước sôi không đáng kể, độ dày mỏng nhựa còn lại trên mặt đá không đều, nhưng không lộ trên mặt đá, dính bám tốt.

- **Cấp 3:** Cá biệt ở từng chỗ trên mặt đá màng nhựa bị bong, nhưng nói chung bề mặt đá vẫn giữ được màng nhựa, dính bám trên bình.

- **Cấp 2:** Màng nhựa lẫn vào nước mặt đá dăm trần hoàn toàn song hạt nhựa nổi lên mặt nước: dính bám kém.

- **Cấp 1:** Màng nhựa lẫn hoàn toàn vào nước, mặt đá dăm trần, sạch, toàn bộ nhựa nổi trên mặt nước: dính bám rất kém.

2.4.8. Độ dính bám của mẫu nhựa được xác định theo trị số trung bình dính bám của 10 viên đá được dùng trong thí nghiệm.

2.5. Xác định nhiệt độ bắt lửa

2.5.1. Loại nhựa thí nghiệm: nhựa đặc bitum, nhựa lỏng.

Thiết bị thí nghiệm:

2.5.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm gồm có:

- Giá có vòng đỡ để đặt chén mẫu thí nghiệm.
- Một bộ chén sắt gồm 2 chiếc để lồng vào nhau qua một lớp cái đệm ở giữa,
- Chén trong (chén nhỏ) dày 1mm, có đường kính 61 ± 1 mm và cao 47 ± 1 mm,
- Chén ngoài (chén to) có đường kính 120 ± 5 mm và cao 80 ± 5 mm,
- Nhiệt kế 400°C
- Đèn cồn hay bếp điện,
- Đồng hồ bấm giây,
- Một ít đóm nửa khô chẻ mỏng.

Trình tự thí nghiệm

2.5.3. Đổ mẫu nhựa đã chuẩn bị sẵn và đã hâm nóng đổ thành dạng lỏng vào chén nhỏ, mặt nhựa thấp hơn miệng chén 12mm. Cắm nhiệt kế vào chén sao cho bình thủy ngân của nhiệt kế nằm ở chính giữa mẫu nhựa. Sau đó, để nguội ở nhiệt độ bình thường ít nhất là 1 giờ đối với loại nhựa lỏng hay 30 phút đối với nhựa đặc.

Đặt chén nhỏ đã đổ nhựa vào trong lòng chén lớn đựng cát. Chiều dày của lớp cát đệm giữa 2 chén vào khoảng 5 - 8 mm và mặt lớp cát đệm quanh chén phải cao ngang với mặt nhựa ở trong chén nhỏ. Đặt bộ chén lên bếp để đun nhựa.

2.5.4. Đun nhựa với tốc độ gia nhiệt 10°C/phút từ khi bắt đầu đun. Sau đó hạ lửa từ từ tăng nhiệt với tốc độ tăng nhiệt 4°C/phút đối với nhựa đặc kể từ 100°C trở lên và đối với nhựa lỏng từ 95°C trở lên. Cũng bắt đầu từ lúc đạt nhiệt độ 100°C đối với nhựa đặc 25°C đối với nhựa lỏng thì cứ cách 35 giây lại đọc nhiệt độ ở nhiệt kế và hơ que lửa là sắt mặt mẫu nhựa một lần. Cứ làm như vậy và tiếp tục

quan sát đến khi nào thấy ngọn lửa đi qua mặt nhựa làm bốc lên một ngọn lửa xanh và khi rút que lửa ra mà ngọn lửa xanh tắt ngay thì ghi lại nhiệt độ. Đó là nhiệt độ bắt lửa.

Lúc đó kết thúc thí nghiệm. (Trường hợp muốn tìm thêm nhiệt độ bốc cháy thì tiếp tục gia nhiệt và làm theo thao tác như trên. Khi ngọn lửa xanh xuất hiện trên mặt nhựa và tồn tại không ít hơn 5 giây thì ghi lại nhiệt độ. Đó là nhiệt độ bốc cháy).

2.6. Xác định khối lượng thể tích

2.6.1. Loại nhựa thí nghiệm: nhựa đặc bitum, nhựa đặc hắc ín, nhựa lỏng.

Thiết bị thí nghiệm

2.6.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm gồm có:

- Bình đo khối lượng thể tích nhựa đường,
- Cân kỹ thuật có độ chính xác đến 0,01 g,
- Tủ sấy,
- Nhiệt kế 100°C,
- Chậu đựng nước có dung tích 15 lít.

2.6.3. Khi thí nghiệm cần chuẩn bị sẵn:

- Nước cất có nhiệt độ 25°C,
- Nước đá và nước sôi để điều chỉnh nước cất đúng ở 25°C.

Trình tự thí nghiệm

2.6.4. Cách điều chỉnh để nước cất có nhiệt độ 25°C: ngâm bình nước cất vào trong nước lạnh 5°C ÷ 10°C nếu nước cất có nhiệt độ lớn hơn 25°C.

- 60°C. Nếu nước cất có nhiệt độ dưới 25°C cho đến khi nào nhiệt độ của nước cất đạt đúng 25°C thì chuyển bình nước cất sang ngâm vào trong chậu nước có cùng nhiệt độ là 25°C ít nhất trong 30 phút nữa rồi mới đem dùng vào thí nghiệm.

2.6.5. Sấy khô bình đo khối lượng thể tích ở nhiệt độ 50-60°C trong tủ sấy rồi đem cân khối lượng bình và nút.

Đổ đầy nước cất ở 25°C vào bình đo đến vạch định mức rồi đem cân khối lượng bình có nước cất và nút. Đổ hết nước cất đi và sấy khô bình trở lại.

2.6.6. Rót mẫu nhựa đã chuẩn bị sẵn và đã hâm nóng để thành dạng lỏng vào khoảng 2/3 bình đo rồi đem đặt vào trong tủ sấy ở nhiệt độ làm nhựa hóa lỏng trong khoảng từ 30 đến 60 phút để cho không khí còn lẫn trong mẫu thoát hết ra ngoài. Để không khí thoát được nhanh và thoát hết, có thể lắc nhẹ bình đo hay khuấy mẫu nhẹ nhàng bằng 1 đũa thủy tinh mảnh đã hơi nóng. Sau đó, để bình đo và mẫu nguội đến 25°C thì đem cân để xác định khối lượng.

Cân xong, đổ thêm nước cất ở nhiệt độ 25°C vào bình đo, đến ngang vạch định mức. Dùng vải mềm lau khô nước ở mặt ngoài bình đo rồi lại đem cân để xác định khối lượng cả bình, mẫu nhựa và nước cất chứa trong bình.

Kết quả thí nghiệm:

2.6.7. Khối lượng thể tích của mẫu nhựa, tính chính xác đến 0,01 g/cm³, được xác định theo công thức:

$$= \frac{\text{Khối lượng mẫu}}{\text{Thể tích mẫu}} = \frac{C - A}{(B + C) - (A + D)} = R/\text{cm}^3$$

Trong đó:

A: Khối lượng của bình không và nút (g)

B: Khối lượng của bình đầy nước cất và nút (g)

C: Khối lượng của bình có mẫu nhựa và nút (g)

D: Khối lượng của bình đầy có mẫu nhựa, nước cất và nút (g).

2.6.8. Kết quả thí nghiệm là trị số trung bình của các kết quả thu được sau 2 lần thí nghiệm đối với cùng 1 mẫu nhựa. Sai số cho phép giữa 2 lần thí nghiệm này không được vượt quá 0,01g/cm³

2.7. Xác định hàm lượng bã tro còn lại sau khi nung

Thiết bị thí nghiệm.

2.7.1. Loại nhựa thí nghiệm: Nhựa đặc bitum, nhựa lỏng, nhũ tương nhựa đường.

2.7.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm gồm có:

- Cân kỹ thuật có độ chính xác đến 0,01g,
- 8 bát sắt,
- Lò nung,
- Bình giữ ẩm.

Trình tự thí nghiệm.

2.7.3. Sấy thật khô bát sắt, để nguội đến nhiệt độ không khí bình thường rồi đem cân để xác định khối lượng bát không, với mức chính xác đến 0,01g. Để khoảng 20g mẫu nhựa đã chuẩn bị sẵn cho vào bát sắt, để nguội đến nhiệt độ bình thường và đem cân khối lượng bát sắt có chứa mẫu, chính xác đến 0,01g.

2.7.4. Đặt bát đựng mẫu vào lò nung và nâng từ từ nhiệt độ lên với tốc độ 20°/1 phút cho đến khi đạt được nhiệt độ 950-1000°C thì giữ nguyên ở nhiệt độ này khoảng 30 phút. Lấy bát mẫu ra, để nguội rồi đem cân khối lượng. Sau đó lại tiếp tục đưa mẫu vào lò nung. Cứ tuần tự lặp lại quá trình nung, để nguội và cân nhiều lần như vậy cho đến khi khối lượng của bát đựng mẫu không thay đổi nữa thì dừng thí nghiệm.

Kết quả thí nghiệm.

2.7.5. Hàm lượng bã tro còn lại sau khi nung, tính chính xác đến 0,1% được xác định theo công thức:

$$R = \frac{C}{B} \frac{A}{C} 100(\%)$$

Trong đó:

A: Khối lượng bát không (g),

B: Khối lượng bát và mẫu nhựa trước khi nung (g),

C: Khối lượng bát và mẫu nhựa sau khi nung (g).

2.7.6. Kết quả thí nghiệm được lấy bằng trị số trung bình tìm được sau 3 lần thí nghiệm đối với cùng một mẫu thử. Sai số giữa 3 lần thí nghiệm không vượt quá 0,01%.

2.8. Xác định lượng hao tổn sau khi sấy và tính chất của phần còn lại sau khi sấy

2.8.1. Loại nhựa thí nghiệm: nhựa đặc bitum

Thiết bị thí nghiệm.

2.8.2. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm để xác định lượng hao tổn sau khi sấy:

- Cân kỹ thuật có độ chính xác 0,01g,
- Tủ sấy,
- Nhiệt kế 300°C.
- Đồng hồ,

- 3 chén nhôm đáy phẳng, dày 1,5mm, cao 35mm, có đường kính 55mm (cũng là dụng cụ để xác định độ kim lún).

2.8.3. Dụng cụ và thiết bị thí nghiệm để xác định độ kim lún, độ kéo dài và nhiệt độ mềm như ở các mục 2.1.2; 2.1.3; 2.2.2; 2.2.3; 2.3.2; 2.3.3.

Trình tự thí nghiệm.

2.8.4. Sấy thật khô chén nhôm, để nguội đến nhiệt độ không khí bình thường rồi đem cân khối lượng của chén nhôm với độ chính xác đến 0,01g. Để khoảng 50g mẫu nhựa đã chuẩn bị sẵn và đã hâm nóng đủ để hóa lỏng vào chén nhôm, để nguội đến nhiệt độ bình thường và đem cân khối lượng chén nhôm và mẫu chính xác đến 0,01g.

2.8.5. Đặt chén đựng mẫu vào trong tủ sấy và nâng từ từ nhiệt độ với tốc độ tăng nhiệt là 10°C trong 1 phút lên đến 160°C rồi giữ nguyên ở nhiệt độ này đúng 5 giờ (khi kiểm tra nhiệt độ, phải đặt bầu thủy ngân của nhiệt kế vào đúng giữa mẫu nhựa được thí nghiệm).

Sau khi sấy đủ 5 giờ ở 160°C, lấy chén mẫu ra, để nguội đến nhiệt độ bình thường rồi đem cân lại khối lượng với độ chính xác đến 0,01g. Suốt thời gian thí nghiệm, nhiệt độ trong tủ sấy không được chênh lệch hơn 1°C.

Giữ lại các mẫu nhựa vừa sấy ở 160°C trong 5 giờ để tiếp tục làm các thí nghiệm khác.

2.8.6. Dùng mẫu nhựa đã chuẩn bị ban đầu và phần còn lại sau khi đã sấy ở 160°C trong 5 giờ để lần lượt làm các thí nghiệm về độ lún, về nhiệt độ mềm của nhựa trước và sau khi sấy và làm thí nghiệm