

## Bitum – Phương pháp xác định điểm hoá mềm (dụng cụ vòng-và-bi)

*Bitumen – Test method for softening point (ring-and-ball apparatus)*

### 1 Phạm vi áp dụng

**1.1** Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định điểm hoá mềm của bitum trong khoảng nhiệt độ từ 30 °C đến 157 °C (86 °F đến 315 °F) bằng dụng cụ vòng-và-bi ngập trong nước cất (30 °C đến 80 °C), trong glycerin USP (trên 80 °C đến 157 °C), hoặc trong etylen glycol (30 °C đến 110 °C).

**1.2** Các giá trị tính theo hệ đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn.

**1.3** 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.

### 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.

TCVN 7494 : 2005 (ASTM D 140 - 01) Bitum – Phương pháp lấy mẫu.

TCVN 7498 : 2005 (ASTM D 92-02b) Bitum – Phương pháp xác định điểm chớp cháy và điểm cháy bằng thiết bị thử cốc hở Cleveland.

ASTM C 670 Practice for preparing precision and bias statements for test method for construction materials (Phương pháp xác định độ chụm và độ lệch đối với các phương pháp thử vật liệu xây dựng).

ASTM D 3461 Test method for softening point of asphalt and pitch (meter Cup-and-ball method) [Phương pháp xác định điểm hoá mềm của bitum và nhựa hắc ín (dùng máy đo cốc và bi)].

ASTM E 1 Specification for ASTM thermometers (Qui định kỹ thuật đối với nhiệt kế ASTM).

### 3 Tóm tắt phương pháp

**3.1** Hai mẫu bitum nằm ngang, được chuẩn bị bằng cách đổ đầy bitum vào hai vòng bằng đồng có giá treo và được gia nhiệt với tốc độ kiểm soát trong bình chứa chất lỏng trong đó mỗi vòng đỡ một viên bi thép. Điểm hoá mềm được báo cáo là giá trị trung bình của nhiệt độ mà tại đó hai mẫu bitum đủ mềm để viên bi bọc kín bitum rơi xuống một khoảng bằng 25 mm (1,0 in.).

### 4 Ý nghĩa và ứng dụng

**4.1** Bitum là vật liệu nhớt, dẻo không có điểm chảy xác định rõ ràng, khi tăng nhiệt độ, bitum trở nên mềm dẻo, giảm nhớt. Chính vì lý do này mà phải xác định điểm hoá mềm theo phương pháp xác định chặt chẽ và tùy chọn để các kết quả là tái lập.

**4.2** Điểm hoá mềm được sử dụng trong việc phân loại bitum, đây là một trong các yếu tố để thiết lập tính đồng nhất trong nguồn cung cấp cũng như vận chuyển và cũng để cảnh báo khả năng chảy của vật liệu khi nhiệt độ tăng.

### 5 Thiết bị thử

**5.1 Vòng** – Hai vòng chứa mẫu bằng đồng có các kích thước phù hợp như Hình 1 (a).

**5.2 Tấm lót** – Bằng đồng, phẳng, nhẵn, có kích thước 50 mm x 75 mm (2 in. x 3 in.).

**5.3 Bi** – Hai viên bi thép, đường kính 9,5 mm (3/8 in.), khối lượng mỗi viên là 3,50 g ± 0,05 g.

**5.4 Vòng dẫn hướng** – Hai vòng dẫn hướng bằng đồng để đặt bi đúng tâm vòng chứa mẫu, kích thước và hình dạng như nêu trên Hình1 (b).

**5.5 Bình** – Bình thuỷ tinh, chịu nhiệt có đường kính trong không nhỏ hơn 85 mm và có chiều cao không nhỏ hơn 120 mm kể từ đáy đến miệng.

CHÚ THÍCH 1: Cốc thử dạng nông dung tích 800 ml làm bằng thuỷ tinh chịu nhiệt là phù hợp với yêu cầu này.

**5.6 Khung treo** – Giá treo bằng đồng được thiết kế sao cho đỡ được hai vòng chứa mẫu ở vị trí ngang, phù hợp với kích thước và hình dạng như trên Hình 1 (c), giá treo trên khung như minh hoạ ở Hình 1 (d). Mặt đáy của giá treo cách mặt trên của tấm đáy bằng 25 mm (1,0 in.), mặt dưới của tấm đáy cách đáy bình khoảng 16 mm ± 3 mm (5/8 in. ± 1/8 in.).

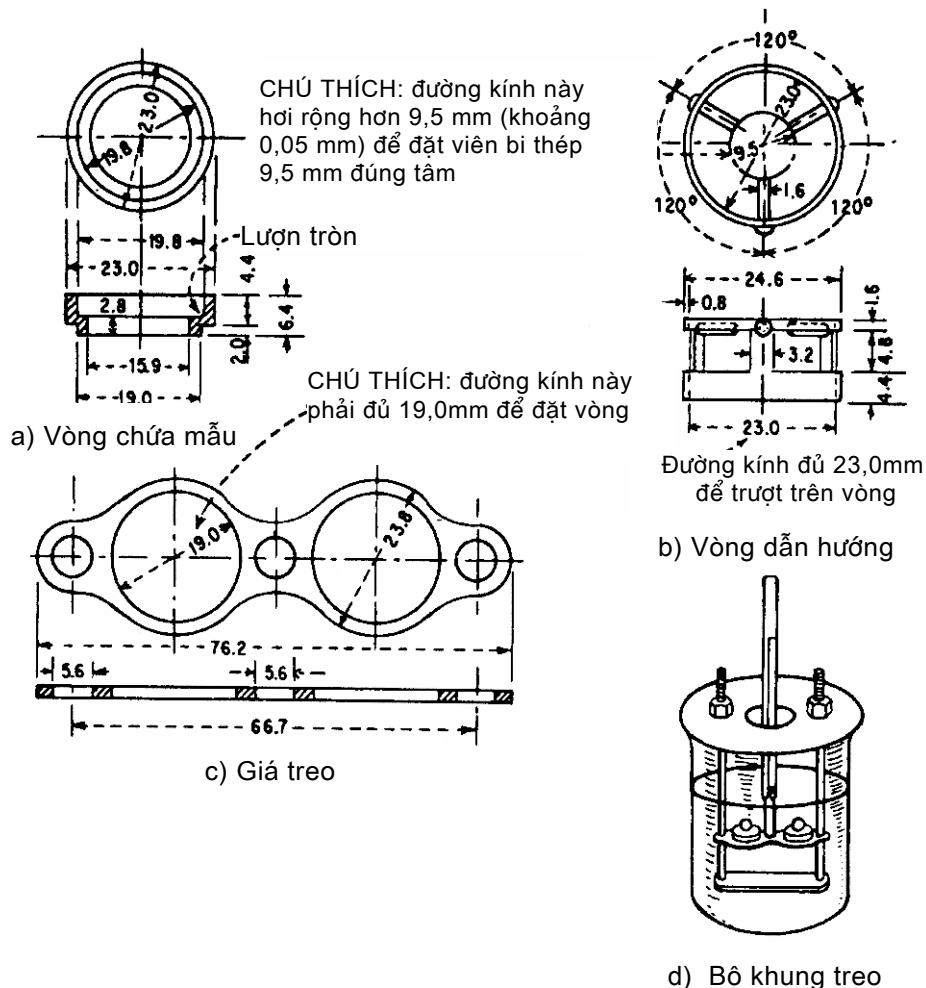
## 5.7 Nhiệt kế

**5.7.1** Với vật liệu có điểm hoá mềm thấp, dùng nhiệt kế ASTM có dải đo từ  $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $+80\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $30\text{ }^{\circ}\text{F}$  đến  $180\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) và phù hợp các yêu cầu của loại nhiệt kế 15C hoặc 15F theo ASTM E 1.

**5.7.2** Với vật liệu có điểm hoá mềm cao, dùng nhiệt kế ASTM có dải đo từ  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $85\text{ }^{\circ}\text{F}$  đến  $392\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) và phù hợp các yêu cầu của loại nhiệt kế 16C hoặc 16F theo ASTM E 1.

**5.7.3** Các nhiệt kế tương ứng được treo trong khung như trên Hình 1 (d) sao cho đáy bầu nhiệt kế ngang bằng đáy của vòng chứa mẫu, không chạm vào vòng chứa mẫu cũng như khung treo, cách vòng chứa mẫu khoảng 13 mm (0,5 in.). Không dùng các loại nhiệt kế khác thay thế.

Kích thước tính bằng milimét



Hình1 – Vòng chứa mẫu, vòng dẫn hướng, giá treo, và khung treo của thiết bị

## 6 Hoá chất và vật liệu

### 6.1 Chất lỏng trong bình

#### 6.1.1 Nước cất đun sôi để nguội

CHÚ THÍCH 2: Dùng nước cất đun sôi để nguội nhằm tránh bọt khí đọng trên mặt mẫu, ảnh hưởng kết quả thử.

#### 6.1.2 Glyxerin USP

CHÚ THÍCH 3: **Chú ý:** Glyxerin có điểm chớp cháy bằng 160 °C (320 °F) xác định theo TCVN 7498 : 2005 (ASTM D92-02b).

#### 6.1.3 Etylen glycol, có điểm sôi trong khoảng từ 195 °C và 197 °C (383 °F và 387 °F).

CHÚ THÍCH 4: **Chú ý:** Etylen glycol độc khi tiếp xúc trong hoặc hít phải hơi. Tránh tiếp xúc lâu và nhiều lần với da hoặc hít hơi. Điểm chớp cháy bằng 115 °C (239 °F) khi xác định theo TCVN 7498 : 2005 (ASTM D 92-02b). Nếu sử dụng làm chất lỏng trong bình thì thực hiện phép thử nơi có tủ hút, có quạt thông gió tốt để xua hơi độc.

## 6.2 Chất bôi trơn

### 6.2.1 Để tránh sự bám dính của bitum, khi tạo mẫu, bề mặt tấm đồng được xoa một lớp mỏng dầu silicon hoặc mỡ (Chú thích 5), hợp chất glyxerin và dextrin, bột tan hoặc cao lanh.

CHÚ THÍCH 5: **Chú ý:** Tách riêng silicon với mẫu và các dụng cụ thử nghiệm bitum để tránh gây nhiễm lẫn nhau. Khi tiếp xúc với silicon phải đeo găng tay cao su. Sự nhiễm lẫn silicon có thể gây sai lệch cho kết quả trong các phép thử khác như xác định độ kim lún và điểm chớp cháy.

## 7 Lấy mẫu

### 7.1 Lấy mẫu theo TCVN 7494 : 2005 (ASTM D 140-01).

## 8 Mẫu thử

### 8.1 Chỉ bắt đầu thí nghiệm khi việc chuẩn bị mẫu đã hoàn tất, đối với mẫu bitum tiến hành thí nghiệm mẫu trong vòng 6 giờ và đối với mẫu nhựa hắc ín trong vòng 4<sup>1</sup>/<sub>2</sub> giờ. Gia nhiệt mẫu cẩn thận và khuấy đều để tránh quá nhiệt cục bộ cho đến khi chảy lỏng (Chú thích 6). Khuấy cẩn thận để tránh tạo bọt khí trong mẫu.

CHÚ THÍCH 6: Tấm điện gia nhiệt có điện năng tối thiểu trên đơn vị diện tích bề mặt bằng 37 kW/m<sup>2</sup> là phù hợp cho phép thử này.

**8.1.1** Gia nhiệt mẫu bitum cho đến khi chảy lỏng trong khoảng thời gian không quá 2 giờ và không quá 110 °C (200 °F) so với nhiệt độ hoá mềm dự kiến của bitum.

**8.1.2** Gia nhiệt mẫu nhựa hắc ín trong vòng 30 phút đến nhiệt độ chảy lỏng và không quá 55 °C (100 °F) so với nhiệt độ hoá mềm dự kiến của nhựa hắc ín.

**8.1.3** Nếu sau đó phải thử lại thì không gia nhiệt lại mẫu cũ mà phải dùng mẫu mới chứa trong vật chứa sạch để chuẩn bị mẫu thử.

**8.2** Gia nhiệt hai vòng chứa mẫu (không gia nhiệt tấm lót) đến xấp xỉ nhiệt độ chảy lỏng và đặt lên tấm lót, tấm này đã được bôi trơn bằng một trong các chất bôi trơn.

**8.3** Rót dòng nhỏ bitum đã gia nhiệt vào từng vòng chứa mẫu, sau đó để nguội trong không khí ít nhất 30 phút. Đối với các vật liệu đã mềm ở nhiệt độ phòng thì làm nguội mẫu trong ít nhất 30 phút ở nhiệt độ không khí ít nhất 10 °C (18 °F) thấp hơn nhiệt độ hoá mềm dự kiến của bitum. Thời gian tính từ khi rót bitum vào vòng chứa mẫu cho đến khi hoàn tất thí nghiệm không được vượt quá 240 phút.

**8.4** Khi mẫu đã nguội, dùng dao hoặc thìa đã hơi nóng cắt phần bitum thừa, sao cho mặt mẫu phẳng và bằng với mặt trên của vòng chứa mẫu.

## **9 Cách tiến hành**

**9.1** Chọn chất lỏng và nhiệt kế thích hợp với điểm hoá mềm dự kiến, theo quy định dưới đây.

**9.1.1** Đối với mẫu có điểm hoá mềm trong khoảng 30 °C đến 80 °C (86 °F đến 176 °F) dùng nước cất đun sôi để nguội và nhiệt kế loại 15C và 15F. Nhiệt độ trong lúc bắt đầu thí nghiệm là 5 °C ± 1 °C (41°F ± 2 °F).

**9.1.2** Đối với mẫu có điểm hoá mềm trong khoảng 80 °C (176 °F) đến 157 °C (315 °F) dùng USP glyxerin và nhiệt kế loại 16C hoặc 16F. Nhiệt độ trong bình lúc bắt đầu thí nghiệm là 30 °C ± 1 °C (86 °F ± 2 °F).

**9.1.3** Đối với mẫu có điểm hoá mềm trong khoảng 30 °C đến 110 °C (86 °F đến 230 °F) dùng etylen glycol và nhiệt kế loại 16C hoặc 16F. Nhiệt độ trong bình lúc bắt đầu thí nghiệm là 5 °C ± 1 °C (41 °F ± 2 °F).

## TCVN 7497 : 2005

**9.1.4** Đối với mục đích trọng tài, mẫu có điểm hoá mềm đến 80 °C (176 °F), tiến hành thử trong bình nước và mẫu có điểm hoá mềm trên 80 °C (176 °F) tiến hành thử trong bình chứa glyxerin.

**9.2** Lắp các vòng chứa mẫu, vòng dẫn hướng và nhiệt kế đúng vị trí. Đặt thiết bị trong phòng thí nghiệm có tủ hút, nếu dùng glycol etylen phải đảm bảo tủ hút hoạt động tốt để thoát hết hơi độc. rót nước vào bình sao cho độ sâu đến 105 mm ± 3 mm (4<sup>1</sup>/<sub>8</sub> in ± 1<sup>1</sup>/<sub>8</sub> in) và đặt thiết bị vào vị trí. Dùng panh kẹp đặt hai viên bi sắt vào đáy bình như vậy chúng sẽ có cùng nhiệt độ với các dụng cụ khác.

**9.3** Nếu cần có thể đặt bình vào nước đá hoặc phải tạo và duy trì nhiệt độ bình cùng thiết bị trong 15 phút. Chú ý không làm bắn chất lỏng trong bình chứa.

**9.4** Dùng panh kẹp lấy bi đặt lên vòng dẫn hướng.

**9.5** Gia nhiệt từ phía đáy bình, sao cho số đọc trên nhiệt kế chỉ nhiệt độ tăng đều với tốc độ khoảng 5 °C (9 °F)/phút (Chú thích 7). Nếu cần có thể dùng các tấm chắn để tránh gió lùa. Không tính trung bình tốc độ tăng nhiệt độ cho cả quá trình thử. Sau 3 phút đầu, tại bất kỳ phút nào sai số cho phép lớn nhất bằng ± 0,5 °C (± 1,0 °F). Nếu tốc độ tăng nhiệt không nằm trong giới hạn trên, phải loại bỏ phép thử.

CHÚ THÍCH 7: Việc tuân thủ chặt chẽ các quy định về tốc độ gia nhiệt rất có ý nghĩa đối với độ tái lập của các kết quả. Có thể dùng bếp ga hoặc bếp điện nhưng phải dùng tấm cách điện và loại có công suất thay đổi để duy trì tốc độ gia nhiệt quy định.

**9.6** Ghi lại số đọc trên nhiệt kế cho từng vòng và bi tại thời điểm viên bi được bọc kín bitum và chạm tấm đáy. Không hiệu chỉnh phần thân nổi phía trên của nhiệt kế. Nếu độ chênh lệch giữa hai nhiệt độ lớn hơn 1 °C (2 °F) thì làm lại phép thử.

## 10 Tính kết quả

**10.1** Đối với cùng một mẫu bitum, điểm hoá mềm được xác định trong bể nước sẽ thấp hơn so với khi xác định trong bể glyxerin. Do phép xác định điểm hoá mềm thay đổi nên độ chênh lệch chỉ áp dụng đối với điểm hoá mềm lớn hơn 80 °C (176 °F).

**10.2** Khi môi trường xác định điểm hoá mềm trên 80 °C chuyển từ nước sang glyxerin sẽ gây cho kết quả không đồng đều. Báo cáo điểm hoá mềm thấp nhất cho phép, xác định trong glyxerin đối với bitum là 84,5 °C (184 °F) và đối với nhựa hắc ín là 82 °C (180 °F). Cũng như vậy, báo cáo các điểm hoá mềm xác định trong glyxerin thấp hơn các điểm hoá mềm xác định trong nước nhỏ hơn hoặc bằng 80 °C (176 °F).

**10.2.1** Hệ số điều chỉnh cho bitum là  $-4,2\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $-7,6\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) và cho nhựa hắc ín là  $-1,7\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $-3,0\text{ }^{\circ}\text{F}$ ). Khi thử trong tài, tiến hành lại phép thử trong bể nước.

**10.2.2** Trong mọi trường hợp, phải tiến hành lại phép thử khi xác định trong bình glyxerin mà giá trị trung bình của hai nhiệt độ là bằng hay thấp hơn  $80,0\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $176,0\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) đối với bitum; hoặc bằng hay thấp hơn  $77,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $171,5\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) đối với hắc ín.

**10.3** Ngược lại, khi thử trong bình nước, điểm hoá mềm lớn hơn  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $176\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) so với điểm hoá mềm xác định trong bình glyxerin thì hệ số hiệu chỉnh cho bitum là  $+4,2\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $+7,6\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) và cho nhựa hắc ín là  $+1,7\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $+3,0\text{ }^{\circ}\text{F}$ ). Khi thử trong tài, tiến hành lại phép thử trong bình glyxerin.

**10.3.1** Trong mọi trường hợp, khi xác định trong bình nước, giá trị trung bình của hai nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn  $85,0\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $185,0\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) thì phải tiến hành lại phép thử trong bình glyxerin.

**10.4** Kết quả thí nghiệm thu được khi dùng bể glycol etylen sẽ khác với các kết quả khi dùng bể nước và glyxerin, áp dụng các công thức dưới đây để tính toán độ chênh lệch:

Bitum:

$$\text{SP (glyxerin)} = 1,026\ 583 \times \text{SP (etylen glycol)} - 1,334\ 968\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (1)$$

$$\text{SP (nước)} = 0,974\ 118 \times \text{SP (etylen glycol)} - 1,444\ 59\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (2)$$

Nhựa hắc ín:

$$\text{SP (glyxerin)} = 1,044\ 795 \times \text{SP (etylen glycol)} - 5,063\ 574\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (3)$$

$$\text{SP (nước)} = 1,061\ 111 \times \text{SP (etylen glycol)} - 8,413\ 488\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (4)$$

## 11 Báo cáo kết quả

**11.1** Khi sử dụng các nhiệt kế ASTM 15C hoặc 15F, báo cáo kết quả chính xác đến  $0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$  hoặc  $0,5\text{ }^{\circ}\text{F}$ , điểm hoá mềm là giá trị trung bình hoặc là giá trị trung bình đã hiệu chỉnh của các nhiệt độ đã ghi ở điều 9.6.

**11.2** Khi sử dụng các nhiệt kế ASTM 16C hoặc 16F, báo cáo kết quả chính xác đến  $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  hoặc  $1,0\text{ }^{\circ}\text{F}$ , điểm hoá mềm là giá trị trung bình hoặc là giá trị trung bình đã hiệu chỉnh của các nhiệt độ đã ghi ở điều 9.6.

**11.3** Báo cáo chất lỏng trong bể đã sử dụng khi tiến hành như trong phép thử này.

## 12 Độ chụm và độ lệch

**12.1** Đối với nước cất hoặc glycerin USP, áp dụng các chuẩn cứ sau đây để đánh giá chấp nhận các kết quả (xác suất 95 %).

**12.1.1 Độ chụm của một thí nghiệm viên** – Độ lệch tiêu chuẩn của một thí nghiệm viên được xác định là 0,41 °C (0,73 °F). Do vậy, các kết quả của hai phép thử được thực hiện đúng do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một mẫu bitum không được chênh hơn 1,2 °C (2,0 °F).

**12.1.2 Độ chụm của nhiều phòng thí nghiệm** – Độ lệch tiêu chuẩn của nhiều phòng thí nghiệm được xác định là 0,70 °C (1,26 °F). Do vậy, các kết quả của hai phép thử được thực hiện đúng trên cùng một mẫu bitum do hai phòng thí nghiệm tiến hành không được chênh hơn 2,0 °C (3,5 °F).

**12.2** Với etylen glycol, áp dụng các chuẩn cứ sau để đánh giá chấp nhận các kết quả:

**12.2.1 Độ chụm của một thí nghiệm viên** – Độ lệch tiêu chuẩn của một thí nghiệm viên được xác định là 0,72 °C (1,29 °F). Do vậy, các kết quả của hai phép thử được thực hiện đúng do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một mẫu bitum không được chênh hơn 2,0 °C (3,5 °F).

**12.2.2 Độ chụm của nhiều phòng thí nghiệm** – Độ lệch tiêu chuẩn của nhiều phòng thí nghiệm được xác định là 1,08 °C (1,95 °F). Do vậy, các kết quả của hai phép thử được thực hiện đúng trên cùng một mẫu bitum do hai phòng thí nghiệm tiến hành không được chênh hơn 3,0 °C (5,5 °F).

**12.3 Độ lệch** – Tiêu chuẩn này không có độ lệch vì giá trị điểm hoá mềm của phép thử bitum chỉ được xác định theo phương pháp này.

---