

## **Bitum – Phương pháp xác định độ kim lún**

*Bitumen – Test method for penetration*

### **1 Phạm vi áp dụng**

**1.1** Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ kim lún của các loại vật liệu bitum đặc và bitum quánh (bán đặc).

**1.2** Kim, cốc chứa mẫu và các điều kiện khác được qui định trong tiêu chuẩn này dùng để xác định độ kim lún đến 500.

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

**1.4** 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 7497 : 2005 (ASTM D 36) Bitum – Phương pháp xác định điểm hoá mềm (dụng cụ vòng-và-bi).

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

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

ASTM E 77 Test method for inspection and verification of liquid-in-glass thermometers (Phương pháp kiểm tra và kiểm định đối với các nhiệt kế thuỷ tinh chất lỏng).

ISO 468 Surface roughness – Parameters, their values and general rules for specifying requirements (Độ nhám bề mặt – Các thông số, giá trị và nguyên tắc chung để xác định các yêu cầu).

### 3 Thuật ngữ

#### 3.1 Định nghĩa

##### 3.1.1

#### Độ kim lún (penetration)

Độ đặc quán của bitum được biểu thị bằng độ kim lún tính bằng phần mười milimét của kim tiêu chuẩn xuyên thẳng đứng vào mẫu, trong điều kiện cho trước về nhiệt độ, thời gian và tải trọng qui định.

Bảng 1 - Các chuẩn cứ về độ chụm

Vật liệu	Độ lệch tiêu chuẩn hoặc hệ số của độ lệch (1s) hoặc (1s %)	Dải chấp nhận của hai kết quả (d2s) hoặc (d2s %)
Độ chụm của một thí nghiệm viên:		
Bitum tại 25 °C (77 °F) độ kim lún dưới 50, đơn vị	0,35	1
Bitum tại 25 °C (77 °F) độ kim lún lớn hơn và bằng 60, phần trăm giá trị trung bình	1,4	4
Nhựa hắc ín tại 25 °C (77 °F) <sup>A</sup> , phần trăm giá trị trung bình	5,2	15
Độ chụm của nhiều phòng thử nghiệm		
Bitum tại 25 °C (77 °F) độ kim lún dưới 50, đơn vị	1,4	4
Bitum tại 25 °C (77 °F) độ kim lún lớn hơn và bằng 60, phần trăm giá trị trung bình	3,8	11
Nhựa hắc ín tại 25 °C (77 °F) <sup>A</sup> , đơn vị	1,4	4

<sup>A</sup> Đánh giá độ chụm đối với nhựa hắc ín dựa trên các kết quả của hai mẫu có độ kim lún bằng 7 và 24. Có thể không áp dụng các đánh giá này đối với vật liệu thấy rõ cứng hơn và mềm hơn.

### 4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Mẫu được làm chảy và để nguội trong điều kiện kiểm soát. Độ kim lún được đo bằng thiết bị xuyên kim, sử dụng kim tiêu chuẩn và tiến hành dưới các điều kiện qui định.

### 5 Ý nghĩa và ứng dụng

5.1 Phép thử xác định độ kim lún được sử dụng như một số đo về độ đặc quán. Độ kim lún cao hơn, bitum có độ quán nhỏ hơn.

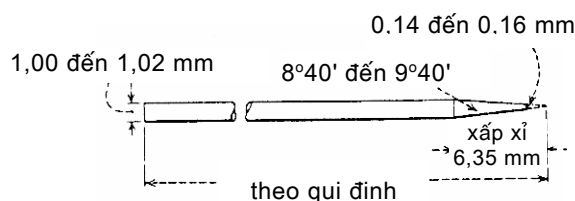
### 6 Thiết bị và dụng cụ

6.1 **Thiết bị xuyên kim** - Là thiết bị có chốt kẹp kim chuyển động thẳng đứng không bị ảnh hưởng của ma sát và có khả năng hiển thị độ lún của kim chính xác đến 0,1 mm. Khối lượng của chốt kẹp kim là 47,5 g ± 0,05 g. Tổng khối lượng của kim và chốt kẹp là 50,0 g ± 0,05 g. Chuẩn bị các quả cân 50 g ± 0,05 g và 100 g ± 0,05 g, để đảm bảo các tải trọng có tổng bằng 100 g và 200 g theo yêu cầu của phép thử.

Bề mặt để đặt cốc chứa mẫu phải phẳng và vuông góc với trục xuyên kim. Chốt kẹp kim được tháo lắp dễ dàng để kiểm tra khối lượng.

## 6.2 Kim xuyên

**6.2.1** Kim xuyên (xem Hình 1) làm bằng thép cứng tôi, loại 440-C hoặc tương đương, độ cứng HRC bằng 54 đến 60, chiều dài của kim tiêu chuẩn bằng 50 mm (2 in.), và của loại kim dài bằng 60 mm (2,4 in.). Đường kính kim bằng 1,00 mm đến 1,02 mm ( 0,0394 in. đến 0,0402 in.). Đầu kim được vuốt nhọn với độ vát góc trên tổng chiều dài phần côn bằng khoảng 8,7 ° và 9,7 °. Phần côn phải đồng trục với phần thẳng của kim. Độ lệch trục tối đa cho phép không quá 0,2 mm (0,008 in.). Đầu nhọn của kim có đường kính từ 0,14 mm đến 0,16 mm (0,0055 in. đến 0,0063 in.) và làm cho vuông với trục kim trong khoảng 2 °. Đầu kim sắc và không bám gỉ. Chiều cao độ nhám bề mặt, Ra, của phần nhọn khi xác định theo ISO 468 trung bình bằng 0,2 μm đến 0,33 μm (8 μin. đến 12 μin.). Chiều cao độ nhám bề mặt của thân kim bằng 0,025 μm đến 0,125 μm (1 μin. đến 5 μin.). Kim xuyên được lắp trong vòng đai kim loại không gỉ, vòng này có đường kính bằng 3,20 mm ± 0,05 mm (0,126 in. ± 0,002 in.) dài 38 mm ± 1 mm (1,50 in. ± 0,04 in.). Chiều dài nhìn thấy của kim tiêu chuẩn nằm trong khoảng 40 mm đến 45 mm (1,57 in. đến 1,77in.) và bằng 50 mm đến 55 mm (1,97 in. đến 2,19 in.) đối với loại kim dài. Kim này được lắp chặt vào vòng đai. Biên độ của kim và bất kỳ phần nào của kim tương quan với trục vòng đai, không được vượt quá 1 mm (0,04 in.). Khối lượng của bộ vòng đai kim bằng 2,5 g ± 0,05 g. (Cuối vòng đỡ có lỗ khoan hoặc mài phẳng dùng để khống chế khối lượng bộ vòng đai). Trên vành đai của từng kim có các dấu hiệu nhận biết riêng; nhà sản xuất sẽ không dùng lặp lại các dấu hiệu này trong vòng 3 năm.



**Hình 1 – Kim dùng cho phép thử xuyên kim**

**6.2.2** Kim xuyên sử dụng khi thử vật liệu để đánh giá sự phù hợp với tiêu chuẩn phải đảm bảo các qui định nêu ở 6.2.1.

**6.3 Cốt dựng mẫu** – Sử dụng cốt hình trụ bằng thủy tinh hoặc kim loại, đáy phẳng có các kích thước cơ bản sau:

Đối với độ kim lún dưới 200:

Đường kính, mm	55
Chiều sâu, mm	35

Đối với độ kim lún trong khoảng 200 và 350:

Đường kính, mm	55
Chiều sâu, mm	70

**6.4 Bể ổn nhiệt** – Bể có dung tích không nhỏ hơn 10 lít, có khả năng duy trì nhiệt độ tại  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  hoặc nhiệt độ khác của phép thử với sai lệch là  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Trong bể có giá đỡ đục lỗ đặt cách đáy ít nhất là 50 mm và cách mặt nước ít nhất là 100 mm. Nếu tiến hành phép thử độ kim lún ngay trong bể thì phải có thêm một tấm đủ cứng để đỡ thiết bị xuyên kim. Có thể dùng nước muối trong bể để tiến hành phép thử ở nhiệt độ thấp.

CHÚ THÍCH 1: Khuyến khích dùng nước cất trong bể. Chú ý không để nước bể bị nhiễm bẩn do các chất hoạt động bề mặt, các chất thải hoặc các hoá chất khác, các chất này có thể ảnh hưởng đến kết quả thử.

**6.5 Bình chuyên tiếp** – Bình có dung tích ít nhất là 350 ml, có độ sâu chứa nước đủ để ngâm cốc đựng mẫu. Bình có ba chân với ba điểm tiếp xúc, bảo đảm chắc chắn và không làm lắc, rung cốc đựng mẫu.

**6.6 Đồng hồ đo thời gian** – Đối với thiết bị xuyên kim vận hành bằng tay, có thể dùng các loại đồng hồ điện tử bấm giây hoặc loại khác nhưng phải có vạch chia đến  $0,1\text{ s}$  hoặc ít hơn và chính xác đến  $\pm 0,1\text{ s}$  trong khoảng đo  $60\text{ s}$ , có thể dùng đồng hồ đếm giây, điều chỉnh để nghe mỗi lần đếm  $0,5\text{ s}$ . Thời gian cho 11 lần đếm là  $5\text{ s} \pm 0,1\text{ s}$ . Các đồng hồ tự động đo thời gian gắn trên thiết bị xuyên kim phải được hiệu chỉnh chính xác đến  $\pm 0,1\text{ s}$ .

**6.7 Nhiệt kế** – Dùng các nhiệt kế thuỷ tinh có vạch chia phù hợp, chính xác đến  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $0,2\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) hoặc các loại nhiệt kế khác có độ chính xác, độ chụm và độ nhạy tương đương các nhiệt kế phù hợp với ASTM E 1.

**6.7.1** Các nhiệt kế thông dụng là:

Số nhiệt kế ASTM	Dải đo
17C hoặc 17F	$19\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ ( $66\text{ }^{\circ}\text{F}$ đến $80\text{ }^{\circ}\text{F}$ )
63C hoặc 63F	$-8\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $+32\text{ }^{\circ}\text{C}$ ( $18\text{ }^{\circ}\text{F}$ đến $89\text{ }^{\circ}\text{F}$ )
64C hoặc 64F	$25\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ ( $77\text{ }^{\circ}\text{F}$ đến $131\text{ }^{\circ}\text{F}$ )

**6.7.2** Các nhiệt kế sử dụng trong bể phải được hiệu chuẩn định kỳ theo ASTM E 77.

## 7 Chuẩn bị mẫu thử

**7.1** Cẩn thận gia nhiệt mẫu thử, khuấy đều tránh sôi cục bộ đến khi mẫu chảy lỏng có thể rót được. Không để nhiệt độ tăng trên  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , cao hơn điểm hoá mềm dự đoán của nhựa hắc ín khi thử theo TCVN 7497 : 2005 (ASTM D 36–00) hoặc tăng trên  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$  đối với bitum. Không gia nhiệt mẫu quá 30 phút. Tránh tạo bọt khí trong mẫu thử.

**7.2** Rót một lượng mẫu nhất định vào cốc, sao cho sau khi nguội, mẫu có chiều cao lớn hơn ít nhất  $10\text{ mm}$  so với độ kim lún dự kiến. Chuẩn bị hai mẫu riêng cho từng điều kiện thử.

**7.3** Đặt nhẹ từng cốc đựng mẫu tránh bụi, để mẫu nguội trong không khí đến nhiệt độ từ 15 °C đến 30 °C trong khoảng từ 1 giờ đến 1,5 giờ đối với cốc nhỏ và 1,5 giờ đến 2 giờ đối với cốc cao hơn. Sau đó đặt hai mẫu cùng đĩa chuyển tiếp (nếu dùng) vào trong bể nước, bảo dưỡng tại nhiệt độ qui định. Đặt cốc đựng mẫu nhỏ trong khoảng 1 giờ đến 1,5 giờ và cốc cao hơn từ 1,5 giờ đến 2 giờ.

## 8 Điều kiện thử

**8.1** Khi không có qui định thì nhiệt độ, tải trọng và thời gian được hiểu là 25 °C (77 °F); 100 g và 5 s. Các điều kiện khác có thể sử dụng đối với các phép thử đặc biệt như sau:

Nhiệt độ, °C, (°F)	Tải trọng, g	Thời gian, s
0 (32)	200	60
4 (39,2)	200	60
45 (113)	50	5
46,1 (115)	50	5

Khi áp dụng các điều kiện đặc biệt sẽ được nêu trong báo cáo thử.

## 9 Cách tiến hành

**9.1** Kiểm tra chốt kẹp kim và bộ phận dẫn hướng để đảm bảo không có nước và các vật lạ khác. Nếu độ kim lún dự kiến cao hơn 350 thì dùng kim dài, nếu ngược lại dùng kim ngắn. Làm sạch kim xuyên bằng toluen hoặc dung môi phù hợp, lau khô bằng vải sạch và lắp kim vào thiết bị xuyên kim. Nếu không có qui định khác thì gia tải bằng quả cân 50 g lên kim để tạo tổng khối lượng là 100 g ± 0,1 g.

**9.2** Nếu tiến hành các phép thử với máy xuyên kim trong bể thì đặt trực tiếp cốc đựng mẫu trên đế của thiết bị xuyên kim (Chú thích 2). Giữ cho cốc mẫu ngập hoàn toàn trong bể. Nếu tiến hành các phép thử độ kim lún ngoài bể thì đặt cốc đựng mẫu trong đĩa chuyển tiếp sao cho cốc chuyển từ bể ổn nhiệt sang ngập hoàn toàn trong nước và đặt đĩa chuyển tiếp trên đế của thiết bị xuyên kim.

CHÚ THÍCH 2: Đối với phép thử trọng tải, độ kim lún tại nhiệt độ khác 25 °C (77 °F) thì không được chuyển mẫu từ bể đi.

**9.3** Cho kim hạ từ từ xuống cho đến khi đầu kim vừa tiếp xúc với bề mặt mẫu. Dùng nguồn sáng xác định để kiểm tra sự tiếp xúc (Chú thích 3). Có thể ghi số đọc ban đầu của thiết bị xuyên kim hoặc chỉnh kim đồng hồ máy về số 0. Sau đó thả chốt kẹp kim trong khoảng thời gian qui định và điều chỉnh thiết bị để đo khoảng cách lún theo phần 10 của milimét. Nếu cốc mẫu dịch chuyển thì loại bỏ kết quả này.

CHÚ THÍCH 3: Để định vị kim khi tiếp xúc với bề mặt mẫu có thể sử dụng ống phát quang poly-metyl metacrylat.

**9.4** Tiến hành ít nhất ba lần xác định tại các điểm trên bề mặt mẫu, các điểm này cách thành của cốc đựng mẫu không ít hơn 10 mm và cách nhau cũng không ít hơn 10 mm. Nếu dùng đĩa chuyển tiếp thì sau mỗi lần xác định lại chuyển mẫu và đĩa chuyển tiếp vào bể ổn nhiệt. Dùng kim sạch cho mỗi lần xác định. Nếu độ kim lún lớn hơn 200, dùng ít nhất ba kim và sau khi hoàn tất ba lần xác định mới rút kim lên.

## 10 Báo cáo thử

**10.1** Báo cáo kết quả theo số nguyên, là giá trị trung bình của 3 kết quả kim lún. Các giá trị này không được khác so với qui định dưới đây:

Độ kim lún	0 đến 49	50 đến 149	150 đến 249	250 đến 500
Độ chênh lệch lớn nhất giữa độ kim lún lớn nhất và nhỏ nhất	2	4	12	20

## 11 Độ chụm và độ lệch

**11.1** Sử dụng các tiêu trí sau để chấp nhận các kết quả kim lún tại 25 °C đối với bitum. Độ chụm tại nhiệt độ khác đang được xác định.

**11.1.1 Độ chụm của một thí nghiệm viên** – Hệ số sai lệch của một thí nghiệm viên là 1,4 % đối với độ kim lún trên 60, và độ lệch tiêu chuẩn của một thí nghiệm viên là 0,35 % đối với độ kim lún dưới 50. Vì vậy các kết quả của hai phép thử do một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một mẫu thử độ kim lún, bằng cùng một thiết bị không được chênh nhau quá 4 % so với giá trị trung bình, hoặc hơn 1 đơn vị, lấy giá trị lớn hơn.

**11.1.2 Độ chụm của nhiều phòng thử nghiệm** – Hệ số sai lệch của nhiều phòng thử nghiệm bằng 3,8 % đối với độ kim lún trên 60, và độ sai lệch tiêu chuẩn bằng 1,4 đối với độ kim lún dưới 50. Vì vậy các kết quả của hai phép thử do hai phòng thử nghiệm khác nhau tiến hành trên cùng một mẫu thử độ kim lún không được chênh nhau quá 11 % so với giá trị trung bình hoặc 4 đơn vị, lấy giá trị lớn hơn.

CHÚ THÍCH 4: Các giá trị này biểu thị các giới hạn d1s (hoặc d1s %) và d2s (hoặc d2s %) như qui định trong ASTM C 670.

**11.1.3 Độ lệch** – Phương pháp này không có độ lệch vì các giá trị chỉ được qui định theo phương pháp này.