

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11710:2017

Xuất bản lần 1

**NHỰA ĐƯỜNG - THỬ NGHIỆM XÁC ĐỊNH ẢNH HƯỞNG
CỦA NHIỆT VÀ KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẤY
MÀNG MỎNG XOAY**

*Asphalt binder - Test method for effect of heat and air on a moving film of asphalt binder
(Rolling thin-film oven test)*

HÀ NỘI - 2011

Mục lục

	Trang
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Tóm tắt phương pháp	5
4 Ý nghĩa và sử dụng	6
5 Thiết bị	6
5.1 Tủ sấy	6
5.2 Lưu lượng kế	9
5.3 Nhiệt kế	9
5.4 Cốc đựng mẫu	9
5.5 Cân	9
5.6 Giá làm mát	10
5.7 Ống ni-vô	10
6 Chuẩn bị thử nghiệm	10
7 Cách tiến hành	10
8 Báo cáo kết quả	12
9 Độ chụm	12
Phụ lục A (tham khảo) Hướng dẫn cách đánh giá độ chụm	15
Phụ lục B (tham khảo) Phương pháp đánh giá độ chụm với kết quả thí nghiệm tổn thất khối lượng	17

Lời nói đầu

TCVN 11710:2017 do Viện Khoa học và Công nghệ Giao thông Vận tải biên soạn, Bộ Giao thông Vận tải đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ Công bố.

Nhựa đường - Thử nghiệm xác định ảnh hưởng của nhiệt và không khí bằng phương pháp sấy màng mỏng xoay

*Asphalt Binder - Test method for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt Binder
(Rolling Thin-Film Oven Test)*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sấy màng mỏng xoay (RTFOT) để xác định ảnh hưởng của nhiệt và không khí đối với chất kết dính nhựa đường (bao gồm cả nhựa đường thông thường và nhựa đường cải tiến) và để cung cấp phần dư nhựa đường sau khi sấy cho các thí nghiệm tiếp theo. Những ảnh hưởng này được xác định từ các phép đo các tính chất của nhựa đường trước và sau thử nghiệm này.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

AASHTO M 231, Standard Specification for Weighing Devices Used in the Testing of Materials (Quy định kỹ thuật đối với cân sử dụng trong thí nghiệm vật liệu).

AASHTO M 320, Performance-Graded Asphalt Binder (Nhựa đường phân cấp theo đặc tính sử dụng).

ASTM C 670, Standard Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials (Tiêu chuẩn thực hành cho chuẩn bị độ chụm và độ lệch đối với các phương pháp thử vật liệu xây dựng).

3 Tóm tắt phương pháp

3.1 Đổ mẫu nhựa đường đã chuẩn bị vào cốc đựng mẫu, dùng tay xoay cốc đựng mẫu để dàn mẫu xung quanh thành cốc đựng mẫu. Đặt cốc đựng mẫu nằm ngang trong giá quay của tủ sấy và được sấy nóng trong khoảng thời gian 85 min ở 163 °C. Ảnh hưởng của nhiệt và không khí đến hóa cứng (hóa già) của mẫu thử được xác định thông qua các thử nghiệm quy định với mẫu thử trước và sau khi sấy. Những ảnh hưởng của nhiệt và không khí được xác định thông qua những thay đổi xảy ra đối với các giá trị thí nghiệm vật lý với mẫu thử trước và sau khi sấy. Mẫu thử thụ được sau thử nghiệm này cũng được sử dụng để thử nghiệm các chỉ tiêu khác theo quy định tại AASHTO M320. Một trình tự quy định được đưa ra để xác định sự thay đổi khối lượng mẫu.

3.2 Các giá trị độ chụm của phương pháp thử nghiệm này được phát triển cho độ nhớt ở 60 °C, độ kéo dài ở 15.6 °C và sự thay đổi khối lượng.

4 Ý nghĩa và sử dụng

Phương pháp này chỉ ra sự thay đổi tương đối các tính chất của nhựa đường trong quá trình trộn nóng tại trạm trộn thông thường ở 150 °C, sự thay đổi được chỉ ra qua các thí nghiệm độ nhớt và thí nghiệm lưu biến. Mẫu nhựa đường thu được sau thí nghiệm này cũng được sử dụng để xác định sự phù hợp của mẫu nhựa đường với AASHTO M320. Mẫu nhựa đường thu được sau thí nghiệm này gần giống với điều kiện của nhựa đường ngay sau khi thi công. Nếu nhiệt độ trộn khác đáng kể so với 150 °C, sẽ có các tác động nhiều hoặc ít lên các chỉ tiêu. Phương pháp này có thể chỉ được sử dụng để xác định sự thay đổi khối lượng, là biện pháp đo sự bay hơi của nhựa đường và sự thay đổi khối lượng phát sinh do quá trình oxy hóa.

5 Thiết bị

5.1 Tủ sấy

Tủ sấy là loại tủ sấy đối lưu làm nóng bằng điện kiểu 2 lớp. Kích thước bên trong cao 381 mm, rộng 483 mm, và sâu (445 ± 13) mm (khi cửa tủ đóng lại). Cửa tủ sấy có một cửa sổ ở chính giữa rộng từ 305 đến 330 mm, cao từ 203 đến 229 mm. Cửa sổ này gồm hai tấm kính chịu nhiệt lắp song song nhau, giữa là không khí. Cửa sổ phải cho phép nhìn vào phía bên trong tủ sấy. Bộ phận làm nóng được đặt phía dưới sàn tủ sấy và phải đủ để duy trì nhiệt độ yêu cầu. Tủ sấy có bộ phận thông hơi phía trên và phía dưới. Các lỗ thông hơi phía dưới được bố trí đối xứng nhau để cung cấp không khí vào bộ phận làm nóng và có diện tích xung quanh là $(15,0 \pm 0,7)$ cm². Các lỗ thông hơi phía trên được bố trí đối xứng ở phần trên của tủ sấy và có diện tích xung quanh là $(9,3 \pm 0,45)$ cm².

5.1.1 Tủ sấy có hệ thống thông khí tuần hoàn rộng 38 mm ở hai bên thành và nóc tủ. Tại điểm giữa chiều rộng của tủ và cách mặt giá quay hình tròn bằng kim loại 152 mm so với trục của nó, là một chiếc quạt kiểu lồng sóc đường kính ngoài 133,4 mm, rộng 73 mm quay với tốc độ 1725 r/min bởi một động cơ gắn bên ngoài. Quạt lồng sóc sẽ được đặt sao cho quay theo hướng ngược lại với cánh trong của nó. Dòng khí tuần hoàn được hút từ sàn của tủ sấy qua hệ thống dẫn khí ở thành và trần tủ đến quạt và tác dụng vào mẫu. Hình. 1 và Hình. 2 biểu thị chi tiết hệ thống quạt thông khí này.

5.1.2 Tủ sấy được trang bị một thiết bị có khả năng điều chỉnh nhiệt độ để duy trì nhiệt độ tại (163 ± 1) °C. Các cảm biến của bộ điều khiển nhiệt có thể đặt ở bất kỳ vị trí nào cho phép ở trong tủ sấy để duy trì việc kiểm soát nhiệt độ theo quy định. Bộ điều khiển nhiệt phải có khả năng cung cấp nhiệt cho tủ sấy tới nhiệt độ thí nghiệm trong khoảng thời gian là 10 min sau khi đặt mẫu vào tủ sấy đã được sấy nóng.

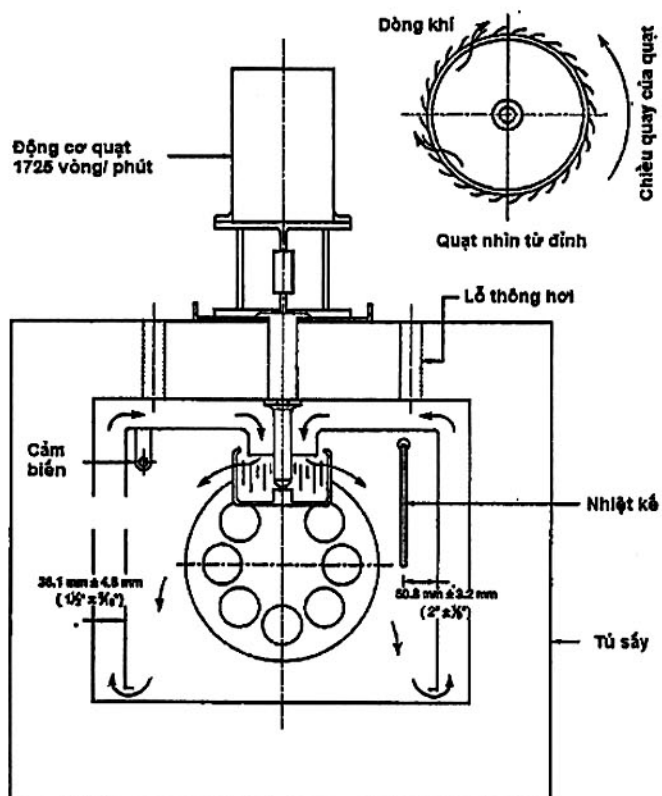
5.1.3 Nhiệt kế được treo hoặc gắn với khung trên nóc tủ sấy cách 51 mm tính từ phía bên phải tại trung điểm chiều sâu của tủ sấy. Bầu nhiệt kế hoặc đầu thiết bị cảm biến nhiệt được treo trong vòng khoảng cách 25mm so với trục quay của giá quay hình tròn.

5.1.4 Tủ sấy được lắp giá quay thẳng đứng hình tròn với đường kính 305 mm (chi tiết xem Hình 2). Giá quay có 8 lỗ có gá kẹp để giữ chặt 8 cốc đựng mẫu thủy tinh ở vị trí nằm ngang (xem Hình 3). Giá quay thẳng đứng được điều khiển cơ học thông qua một trục đường kính 19 mm với tốc độ $(15 \pm 0,2)$ r/min.

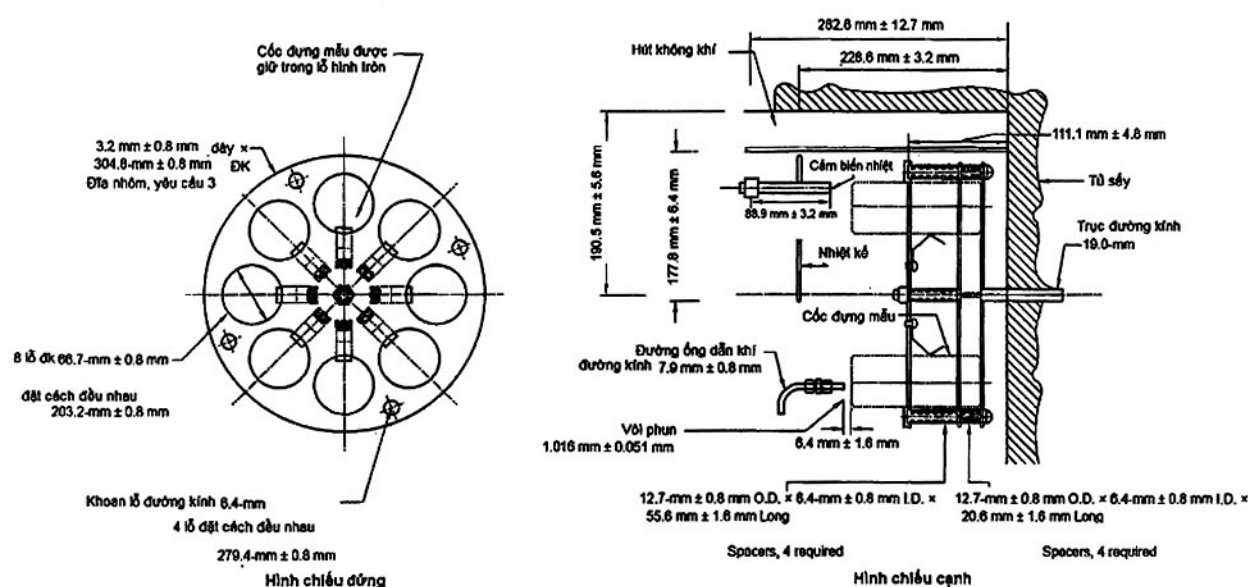
5.1.5 Tủ sấy được trang bị một ống phun không khí để thổi không khí nóng vào giữa mỗi cốc đựng mẫu tại vị trí thấp nhất hành trình. Ống phun không khí có một lỗ thoát đường kính 1,02 mm kết nối với một ống bằng đồng lạnh có đường kính ngoài 7,9 mm, dài 7,6 m. Ống này được xếp cuộn phẳng ở phía dưới của tủ sấy và dẫn đến một nguồn khí nén tươi, khô, không bụi. Cuộn ống được bố trí đảm bảo không khí phía dưới tủ thông thoáng và không được bao phủ bởi lá nhôm hoặc vật liệu

khác.

CHÚ THÍCH 1 - Gen silic hoạt tính đã qua xử lý với chất hút ẩm thích hợp để làm không khí khô.



Hình. 1 Sơ đồ dòng khí nhìn từ phía trước (hình chiếu đứng)



Hình. 2 Giá quay kim loại hình tròn

5.2 Lưu lượng kế

Lưu lượng kế có khả năng đo chính xác dòng không khí ở mức (4000 ± 100) mL/min. Lưu lượng kế phải được bố trí phía trên của cuộn ống và ở vị trí luôn ở khoảng nhiệt độ phòng. Lưu lượng kế phải được hiệu chuẩn tối thiểu 12 tháng một lần. Sự hiệu chỉnh này căn cứ vào dòng không khí thoát ra khỏi ống phun khí và được tiến hành khi tắt tủ sấy và ở nhiệt độ phòng.

5.3 Nhiệt kế

Một nhiệt kế có phạm vi đo từ $155^{\circ}\text{C} - 170^{\circ}\text{C}$, có độ chính xác đến $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$. Nhiệt kế phải được hiệu chuẩn, kiểm định ít nhất một năm một lần. Nhiệt kế được sử dụng cho tất cả các phép đo nhiệt độ theo yêu cầu của phương pháp thử này. Nhằm giảm bớt nguy cơ vỡ nhiệt kế, có thể bọc hoàn toàn hoặc một phần nhiệt kế trong một lớp bảo vệ bằng polymer quang học trong suốt có độ dày tối đa là 0,25 mm. Nếu sử dụng một lớp bảo vệ, nó sẽ được lắp đặt sao cho có sự tiếp xúc cơ học đáng kể với nhiệt kế. Nhiệt kế phải được hiệu chuẩn lại sau khi lắp đặt lớp bảo vệ.

5.3.1 Nhiệt kế thí nghiệm có thể được thay thế bằng một thiết bị đo nhiệt khác, đáp ứng được các yêu cầu sau:

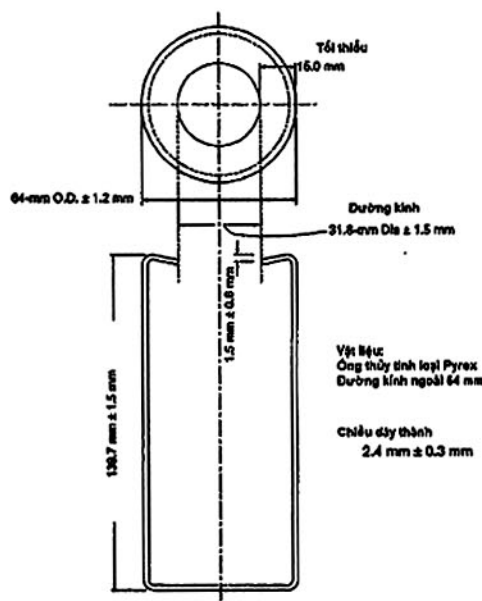
5.3.1.1 Các thiết bị đo nhiệt sẽ được lắp ở vị trí tương tự như nhiệt kế mà nó thay thế.

5.3.1.2. Các thiết bị đo nhiệt phải có sai số đo không lớn hơn so với nhiệt kế mà nó thay thế, và giá trị hiển thị đến $0,1^{\circ}\text{C}$.

5.3.1.3. Các thiết bị đo nhiệt hiệu chuẩn, kiểm định ít nhất một năm một lần.

5.4 Cốc đựng mẫu

Cốc đựng mẫu làm bằng thủy tinh chịu nhiệt, lòng nhẵn mịn, với kích thước phù hợp như Hình 3.



Hình. 3 Cốc đựng mẫu

5.5 Cân

Nếu cần xác định khối lượng tổn thất sau thí nghiệm RTFOT, sử dụng cân loại B theo quy định của

TCVN 11710:2017

AASHTO M 231 có khả năng cân đến 200g với độ chính xác $\pm 0,002$ g. Nếu chỉ yêu cầu xác định phần dư của mẫu sau thí nghiệm RTFOT, có thể sử dụng cân loại G2 theo quy định của AASHTO M 231 với độ chính xác $\pm 0,2$ g. Cân phải được hiệu chuẩn, kiểm định ít nhất một năm một lần.

5.6 Giá làm mát

Giá làm mát có dạng lưới hoặc tấm kim loại, bằng thép không gỉ hoặc nhôm, được lắp đặt để làm mát cốc đựng mẫu ở vị trí nằm ngang. Giá làm mát có cấu trúc phù hợp để dòng không khí lưu thông tự do quanh mỗi cốc đựng mẫu với khoảng cách tối thiểu 25 mm.

5.7 Ống ni-vô:

Dùng để điều chỉnh từ sáy cân bằng khi lắp đặt và hiệu chỉnh. Ống có chiều dài không nhỏ hơn 125mm.

6 Chuẩn bị thử nghiệm

6.1 Vị trí của vòi phun dòng không khí cách miệng cốc thủy tinh đựng mẫu là 6,4 mm. Vòi phun thổi dòng không khí vào chính giữa cốc đựng mẫu ở vị trí thấp nhất khi giá quay.

6.2 Nhiệt kế được lắp đặt tại vị trí quy định tại 5.3 để phân bầu của nhiệt kế nằm trong vòng khoảng cách 25mm so với trục quay của giá quay hình tròn. Nếu một thiết bị đo nhiệt khác được sử dụng, vị trí của nó như quy định tại 5.3 sao cho đầu của cảm biến là trong vòng khoảng cách 25mm so với trục quay của giá quay hình tròn.

6.3 Điều chỉnh từ sáy ở vị trí sao cho trục ngang của cốc đựng mẫu bằng thủy tinh ở vị trí nằm ngang với góc sai lệch không quá $\pm 1^\circ$. Việc điều chỉnh này chỉ cần thực hiện bằng cách kiểm tra giá quay, và được thực hiện tối thiểu 6 tháng một lần với các gối đỡ và khi kiểm tra mức thấp nhất của giá quay.

6.4 Bật quạt. Các quạt này vẫn duy trì hoạt động cho đến khi bộ gia nhiệt của tủ sấy được bật và cửa tủ sấy đóng lại. Các quạt có thể dừng lại khi cửa tủ sấy mở ra. Có thể dừng các quạt này bằng tay ở một cửa khóa liên động điện tử, hoặc thông qua các thiết bị khác.

6.5 Gia nhiệt tủ sấy tối thiểu 2 h trước khi thí nghiệm với nhiệt độ được kiểm soát trong suốt quá trình. Thiết lập này sẽ được lựa chọn sao cho tủ sấy đủ nhiệt độ và không khí vào, tủ sấy sẽ cân bằng tại $(163 \pm 1)^\circ\text{C}$ như số chỉ của nhiệt kế thí nghiệm.

CHÚ THÍCH 2 - Vì khi có mặt của các cốc đựng mẫu ảnh hưởng đến sự phân bố nhiệt độ trong tủ sấy, cốc đựng mẫu phải được đặt trong tủ sấy khi thiết lập nhiệt độ xác định. Việc sử dụng các cốc đựng mẫu không chứa mẫu được chấp thuận cho mục đích này.

7 Cách tiến hành

7.1 Cho vật liệu thí nghiệm vào một đĩa đựng mẫu phù hợp để làm nóng chảy mẫu. Cần phải cẩn thận để không có hiện tượng quá nhiệt cục bộ, và nhiệt độ cao nhất khi đun không được vượt quá 163°C . Trong suốt quá trình đun nhựa, dùng đĩa thủy tinh khuấy đều, không để xuất hiện những bong bóng khí trong mẫu. Kiểm tra lượng nước trong mẫu, nếu có thì phải tách nước bằng phương pháp thích hợp trước khi tiến thí nghiệm, hoặc phải lấy mẫu khác không chứa nước.

7.2 Khi xác định sự thay đổi khối lượng, sử dụng hai cốc đựng mẫu riêng biệt để cân. Cân xác định khối lượng của hai cốc đựng mẫu không chứa mẫu chính xác đến 0,001 g. Rót $(35 \pm 0,5)$ g mẫu vào cốc đựng mẫu thủy tinh theo yêu cầu để cung cấp đủ vật liệu cho các thí nghiệm được thực hiện trên phần dư mẫu thu được sau thí nghiệm RTFOT.

7.3 Ngay sau khi rót mẫu vào trong cốc đựng mẫu thủy tinh, chuyển cốc đựng mẫu đến vị trí nằm ngang. Xoay cốc đựng mẫu từ từ ít nhất một vòng theo chiều ngang, và cố gắng để mẫu nhựa đường dàn mỏng và bao phủ toàn bộ bề mặt của cốc đựng mẫu hình trụ. Không nhất thiết phải để mẫu nhựa đường bao phủ từ đầu đến cuối cốc đựng mẫu, và phải thực hiện cẩn thận để tránh mẫu chảy ra khỏi các cốc đựng mẫu trong bước này. Đảm bảo rằng nhựa đường không tập trung cục bộ trong cốc đựng mẫu. Đặt cốc đựng mẫu theo chiều ngang trong một giá làm mát được duy trì trong điều kiện thông gió tự do ở nhiệt độ phòng, tránh ảnh hưởng từ tủ sấy và các nguồn nhiệt khác.

CHÚ THÍCH 3 – Việc bao phủ hoàn toàn bề mặt của cốc đựng mẫu hình trụ có thể không khả thi đối với loại nhựa cải thiện.

CHÚ THÍCH 4 – Để đảm bảo độ chụm tối đa khi xác định sự thay đổi khối lượng, giá làm mát phải đặt ở vị trí có cùng nhiệt độ và độ ẩm như vị trí đặt cân để cân khối lượng của cốc đựng mẫu.

CHÚ THÍCH 5 – Tĩnh điện có thể là nguyên nhân làm cho việc xác định khối lượng không ổn định, một phần do đặc tính của cốc đựng mẫu thủy tinh. Vấn đề này có thể được giảm thiểu bằng cách gắn một nguồn ion thụ động bên trong cân.

7.4 Làm mát cốc thủy tinh đựng mẫu trong giá làm mát trong thời gian tối thiểu 60 min và không quá 180 min trước khi đặt các cốc đựng mẫu vào trong tủ sấy.

7.5 Khi xác định sự thay đổi khối lượng, sử dụng hai cốc đựng mẫu riêng biệt để cân. Sau khi làm mát, cân xác định khối lượng của hai cốc đựng mẫu có chứa mẫu đặt thẳng đứng chính xác đến 0,001 g.

7.6 Sau khi tủ sấy đã đạt nhiệt độ thí nghiệm và dòng khí đạt được mức lưu lượng khí (4000 ± 300) mL/min, đặt các cốc đựng mẫu vào trong giá quay và để nó cân bằng. Đặt những cốc đựng mẫu không chứa mẫu vào tất cả các chỗ trống chưa sử dụng trên giá quay. Đóng cửa tủ sấy và quay hệ thống giá quay ở tốc độ ($15 \pm 0,2$) r/min. Duy trì cốc đựng mẫu trong tủ sấy, dòng khí và giá quay quay trong 85 min. Nhiệt độ thí nghiệm phải đạt (163 ± 1) °C trong 10 min đầu tiên, nếu không, sẽ dừng thí nghiệm.

7.7 Khi kết thúc chu trình thí nghiệm, lấy từng cốc đựng mẫu xác định sự thay đổi khối lượng và đặt chúng nằm ngang trong giá làm mát. Sau đó, lấy các cốc đựng mẫu còn lại, từng chiếc một, và chuyển phần mẫu bên trong tới cốc đựng có dung tích lớn hơn tổng khối lượng dự kiến ít nhất 30 %. Sự di chuyển này được thực hiện bằng cách, trước tiên đổ phần còn lại của mẫu sau khi sấy chảy tự do từ cốc đựng mẫu và sau đó nạo hết phần lắng còn lại. Khi phần lắng được lấy ra từ mỗi cốc đựng mẫu, cửa tủ sấy vẫn đóng, với bộ gia nhiệt vẫn được bật, không khí và mẫu còn lại vẫn quay trong giá quay. Cốc đựng mẫu cuối cùng phải được lấy ra khỏi tủ sấy trong vòng 5 min kể từ khi lấy cốc đựng mẫu đầu tiên.

CHÚ THÍCH 6 – Có thể sử dụng phương pháp khác miễn là lấy được ≥ 90 % phần dư mẫu còn lại trong cốc đựng mẫu. Nên nạo theo chu vi của cốc đựng mẫu.

7.8 Sau khi lấy phần dư trong mỗi cốc đựng mẫu, nhẹ nhàng khuấy cốc chứa tất cả các mẫu nhựa thu được sau khi sấy cho đến khi đồng nhất và hết bọt khí.

7.9 Nếu cần xác định sự thay đổi khối lượng mẫu thử, tiếp tục làm mát cốc mẫu trên giá làm mát tối thiểu 60 min và không quá 180 min. Sau khi làm mát, đặt lần lượt từng cốc mẫu thẳng đứng lên cân có độ phân giải 0,001 g hoặc lớn hơn để xác định chính xác khối lượng.

7.9.1 Phải ghi nhận trên báo cáo nếu bất kỳ mẫu nào bị chảy ra khỏi cốc đựng mẫu. Nếu mẫu đã bị

chảy ra khỏi cốc đựng mẫu, thì không sử dụng cốc đựng mẫu đó để xác định sự thay đổi khối lượng.

CHÚ THÍCH 7 – Một số phòng thí nghiệm đã thông báo vấn đề với các mẫu chảy ra từ cốc đựng mẫu trong quá trình thí nghiệm. Nếu điều đó xảy ra, phải kiểm tra lại mức nhỏ nhất của giá quay và kiểm tra lại kích thước của cốc đựng mẫu. Cốc đựng mẫu có đầu tròn nhỏ đường như rất nhạy cảm với vấn đề này. Cốc đựng mẫu không đúng theo yêu cầu về kích thước sẽ phải loại bỏ.

CHÚ THÍCH 8 – Để cải thiện độ chụm trong việc xác định sự thay đổi khối lượng, các cốc đựng mẫu sử dụng để xác định sự thay đổi khối lượng cần dùng gang tay sạch và kẹp, di chuyển tới vị trí cân bằng bằng kẹp tránh làm thay đổi nhiệt độ có thể làm sai lệch kết quả đo khối lượng.

8 Báo cáo kết quả

8.1 Phần nhựa đường sau khi thí nghiệm RTFOT được sử dụng trong các tiêu chuẩn thí nghiệm tiếp theo để đánh giá sự thay đổi tính chất vật lý so với nhựa đường ban đầu. Các giá trị thu được bằng cách thực hiện các thí nghiệm trên mẫu nhựa đường trước và sau khi thí nghiệm RTFOT.

CHÚ THÍCH 9 – Các kết quả thí nghiệm tính chất vật lý của nhựa theo AASHTO M 320 được báo cáo như quy định tại AASHTO M 320, không báo cáo trong thí nghiệm này.

8.2 Báo cáo sự thay đổi khối lượng của trung bình 2 mẫu trước và sau khi thí nghiệm RTFOT chính xác đến 0,001 %. Khối lượng mất đi được báo cáo dưới dạng số âm còn khối lượng tăng thêm được báo cáo dưới dạng số dương.

CHÚ THÍCH 10 – Phương pháp thí nghiệm này có thể cho kết quả là giảm khối lượng hoặc tăng khối lượng. Trong quá trình thí nghiệm, thành phần chất dễ bay hơi sẽ bị bay hơi (nguyên nhân làm giảm khối lượng), trong khi các hiện tượng ô xy hoá xảy ra (nguyên nhân làm tăng khối lượng). Ảnh hưởng tổng hợp đó làm cho mẫu bị giảm khối lượng hoặc tăng khối lượng. Các mẫu có hàm lượng chất dễ bay hơi rất thấp thường cho kết quả tăng khối lượng, mẫu có hàm lượng chất dễ bay hơi lớn thường cho kết quả giảm khối lượng.

8.3 Báo cáo thử nghiệm tối thiểu cần có các thông tin sau:

- Nguồn gốc mẫu;
- Nếu cần xác định sự thay đổi khối lượng: Khối lượng cốc không chứa mẫu; Khối lượng cốc chứa mẫu trước khi thí nghiệm; Khối lượng cốc chứa mẫu sau khi thí nghiệm; Sự thay đổi khối lượng tính bằng phần trăm.
- Người thí nghiệm và cơ sở thí nghiệm;
- Ngày thí nghiệm;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này.

9 Độ chụm

9.1 Tiêu chuẩn đánh giá độ chụm của các kết quả thí nghiệm độ nhớt ở 60 °C và độ kéo dài ở 15,6°C trên phần dư mẫu sau thí nghiệm RTFOT được trình bày trong Bảng 1. Các giá trị ở Cột 2 là độ lệch chuẩn tương ứng với các vật liệu và điều kiện thí nghiệm được mô tả ở Cột 1. Giá trị ở Cột 3 là các giá trị giới hạn chấp thuận không được lớn hơn của hai kết quả thử nghiệm. Giá trị ở Cột 4 là hệ số biến sai tương ứng với các vật liệu và điều kiện thí nghiệm như mô tả ở Cột 1. Giá trị ở Cột 5 là giá trị giới hạn chấp thuận không được lớn hơn của hai kết quả thử nghiệm thể hiện bằng phần trăm giá trị trung bình.

Bảng 1 - Độ chụm của thí nghiệm trên mẫu nhựa thu được sau RTFOT

STT	Phương pháp thí nghiệm	Độ lệch chuẩn (1s)	Giới hạn chấp thuận của hai kết quả thử nghiệm (d2s)	Hệ số biến sai (% giá trị trung bình) (1s %)	Giới hạn chấp thuận của hai kết quả thử nghiệm (% giá trị trung bình) (d2s %)
1	Một thí nghiệm viên: (Thử nghiệm đơn phòng)				
1.1	- Độ nhớt ở 60 °C	-	-	2,3	6,5
1.2	- Độ kéo dài ở 15,6 °C ^A	3 cm	9 cm	-	-
2	Nhiều phòng thí nghiệm: (Thử nghiệm liên phòng)				
2.1	- Độ nhớt ở 60 °C	-	-	4,2	11,9
2.2	- Độ kéo dài ở 15,6 °C ^A	6 cm	16 cm	-	-

^A Dựa trên dữ liệu kết quả phân tích từ 16 phòng thí nghiệm trên 2 mẫu nhựa đường trong khoảng từ 13 đến 30 cm

9.2 Độ chụm đối với sự thay đổi khối lượng

Tiêu chuẩn đánh giá độ chụm của các kết quả thí nghiệm thay đổi khối lượng trước và sau thí nghiệm RTFOT được trình bày trong Bảng 2 và Bảng 3. Bảng 3 thể hiện chi tiết cho từng khoảng thay đổi khối lượng từ các phương trình của Bảng 2.

9.3 Độ chụm khi thử nghiệm tại một phòng thí nghiệm (thử nghiệm đơn phòng)

Các phương trình ở Cột 2 Bảng 2 là độ lệch chuẩn của các kết quả thử nghiệm (1s) được thể hiện như là một hàm của sự thay đổi khối lượng (X) cho các điều kiện thử nghiệm được mô tả trong Cột 1. Hai kết quả thí nghiệm thu được với cùng điều kiện thử nghiệm (do một người thí nghiệm trên cùng loại thiết bị, cùng loại mẫu thử nghiệm, cùng thời gian thí nghiệm) đảm bảo độ chụm khi sự khác biệt của hai kết quả không vượt quá giới hạn xác định bằng cách nhân độ lệch chuẩn (1s) ở Cột 2 tính với giá trị trung bình X_{avg} của hai kết quả, với hệ số 2,83. Điều này được thể hiện ở Bảng 2, Cột 3.

9.4 Độ chụm khi thử nghiệm tại các phòng thí nghiệm (thử nghiệm liên phòng)

Các phương trình ở Cột 2 Bảng 2 là độ lệch chuẩn của các kết quả thử nghiệm (1s) được thể hiện như là một hàm của sự thay đổi khối lượng (X) cho các điều kiện thử nghiệm được mô tả trong Cột 1. Hai kết quả do hai người thí nghiệm khác nhau trên cùng một vật liệu trong các phòng thí nghiệm khác nhau đảm bảo độ chụm khi sự khác biệt của hai kết quả không vượt quá giới hạn xác định bằng cách nhân độ lệch chuẩn (1s) ở Cột 2 tính với giá trị trung bình X_{avg} của hai kết quả, với hệ số 2,83. Điều này được thể hiện ở Bảng 2, Cột 3.

Bảng 2 – Ước tính độ chụm đối với sự thay đổi khối lượng

Điều kiện	Độ lệch chuẩn (1s) ^{a,b}	Giới hạn chấp thuận của hai kết quả thử nghiệm (d2s) ^{a,b,c}
Một thí nghiệm viên: (Thử nghiệm đơn phòng)		
Tổn thất khối lượng (%)	$1s = 0,0061 + 0,0363 (X)$	$d2s = (0,0061 + 0,0363 (X_{avg})) \times (2,83)$
Nhiều phòng thí nghiệm: (Thử nghiệm liên phòng)		

Điều kiện	Độ lệch chuẩn (1s) ^{a,b}	Giới hạn chấp thuận của hai kết quả thử nghiệm (d2s) ^{a,b,c}
Tổn thất khối lượng (%)	$1s = 0,00153 + 0,1365 (X)$	$d2s = (0,00153 + 0,1365 (X_{avg})) \times (2,83)$

^a Những giá trị này đại diện cho một giới hạn 1s và d2s mô tả trong tiêu chuẩn ASTM C 670.

^b X và X_{avg} được nhập vào phương trình là số dương.

^c Giá trị X_{avg} đại diện cho các giá trị trung bình của hai kết quả thí nghiệm.

CHÚ THÍCH 11 – Các ước tính độ chụm được đưa ra trong Bảng 2 dựa trên việc phân tích các kết quả kiểm tra từ tám cặp mẫu AMRL thành thạo: Các dữ liệu được phân tích bao gồm kết quả từ 166-191 phòng thí nghiệm cho mỗi trong tám cặp mẫu. Các phân tích bao gồm năm cấp nhựa đường: PG 52-34, 64-16 PG, PG 64-22, 70-22 PG, và PG 76-22 (cải thiện SBS). Các mẫu được sử dụng trong phân tích có thay đổi khối lượng trung bình khối lượng nằm trong khoảng từ -0,05 % đến -0,51 %. Các phương trình để ước tính độ chụm chỉ đáng tin cậy trong các trường hợp khi sự thay đổi trong khối lượng là âm. Các chi tiết của phân tích này là trong báo cáo cuối cùng cho NCHRP Dự án số 9-26, giai đoạn 3.

Bảng 3 – Ước tính độ chụm chi tiết đối với sự thay đổi khối lượng

Điều kiện	Độ lệch chuẩn (1s) ^a	Giới hạn chấp thuận của hai kết quả thử nghiệm (d2s) ^a
Một thí nghiệm viên: (Thử nghiệm đơn phòng) Tổn thất khối lượng (%)		
0,0 % - 0,1 %	0,0079	0,0224
0,1 % - 0,2 %	0,0115	0,0327
0,2 % - 0,3 %	0,0152	0,0429
0,3 % - 0,4 %	0,0188	0,0532
0,4 % - 0,5 %	0,0224	0,0635
Nhiều phòng thí nghiệm: (Thử nghiệm liên phòng) Tổn thất khối lượng (%)		
0,0 % - 0,1 %	0,0084	0,0236
0,1 % - 0,2 %	0,0220	0,0623
0,2 % - 0,3 %	0,0357	0,1009
0,3 % - 0,4 %	0,0493	0,1395
0,4 % - 0,5 %	0,0630	0,1781

^a Những giá trị giới hạn 1s và d2s ở những khoảng giá trị chi tiết.

Phụ lục A

(tham khảo)

Hướng dẫn cách đánh giá độ chụm

A.1 Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thử nghiệm. Nếu độ chụm thỏa mãn quy định ở Bảng 1 thì kết quả báo cáo bằng trung bình của 2 kết quả thử nghiệm. Nếu không thỏa mãn thì phải thí nghiệm lại.

A.1.1 Kết quả thử nghiệm có thể là giá trị thí nghiệm của một mẫu hoặc trung bình của 2 mẫu thí nghiệm thỏa mãn quy định độ chụm.

A.1.2 Sự khác nhau giữa hai kết quả thử nghiệm biểu thị bằng phần trăm của giá trị trung bình phải nhỏ hơn giới hạn cho phép.

A.1.3 Giới hạn cho phép của một chỉ tiêu kỹ thuật được xác định bằng phân tích thống kê từ nghiên cứu thực nghiệm ở nhiều phòng thí nghiệm trên số mẫu thử lớn.

A.2 Trình tự đánh giá độ chụm từ hai kết quả thí nghiệm x_1 và x_2

A.2.1 Tính giá trị trung bình:

$$x_{tb} = \frac{x_1 + x_2}{2} \quad (A.1)$$

Có thể dùng hàm AVERAGE($x_1:x_2$) trong Excel để tính giá trị trung bình

A.2.2 Tính độ lệch chuẩn:

$$S = \sqrt{(x_{tb} - x_1)^2 + (x_{tb} - x_2)^2} \quad (A.2)$$

Có thể dùng hàm STDEV.S ($x_1:x_2$) trong Excel để tính độ lệch chuẩn

A.2.3 Tính sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm:

$$d2s = 1,96 \cdot \sqrt{2} \cdot S \quad (A.3)$$

Trong đó: 1,96 là hệ số ứng với mức xác suất 95 %.

A.2.4 Tính sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm so với giá trị trung bình:

$$1s\% = \frac{S}{x_{tb}} \cdot 100\% \quad (A.4)$$

$$d2s\% = \frac{d2s}{x_{tb}} \cdot 100\% \quad (A.5)$$

A.2.5 So sánh:

- Nếu $1s\% \leq$ giới hạn cho phép [$1s\%$] và $d2s\% \leq$ giới hạn cho phép [$d2s\%$] thì đảm bảo độ chụm thí nghiệm. Kết quả thí nghiệm bằng giá trị trung bình.

- Nếu $1s\% >$ giới hạn cho phép [$1s\%$] và $d2s\% >$ giới hạn cho phép [$d2s\%$] thì không đảm bảo độ chụm thí nghiệm. Cần phải thí nghiệm lại.

Ví dụ 1: Đánh giá kết quả thử nghiệm độ nhớt ở 60 °C tại phòng thí nghiệm A (đơn phòng)

TCVN 11710:2017

Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thí nghiệm độ nhớt ở 60 °C của mẫu nhựa đường sau RTFOT được thực hiện tại phòng thí nghiệm A: $x_1 = 450$; $x_2 = 463$.

Giải: Tính toán theo trình tự các bước ở A.2 ta được:

- Giá trị trung bình: $X_{lb} = 456,5$
- Độ lệch chuẩn: $S = 9,19$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm: $d2s = 25,48$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm so với giá trị trung bình: $1s \% = 2,01 \%$
 $d2s \% = 5,58 \%$
- So sánh: $1s \% < [1s \%] = 2,3$ (Bảng 1) → Đảm bảo độ chụm.
 $d2s \% < [d2s \%] = 6,5$ (Bảng 1) → Đảm bảo độ chụm.

- Kết quả thí nghiệm $x_{lb} = 456,5$.

Ví dụ 2: Đánh giá kết quả thử nghiệm độ nhớt ở 60 °C tại phòng thí nghiệm B (đơn phòng)

Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thí nghiệm độ nhớt ở 60 °C của mẫu nhựa đường sau RTFOT được thực hiện tại phòng thí nghiệm B: $x_1 = 440$; $x_2 = 428$.

Giải: Tính toán theo trình tự các bước ở A.2 ta được:

- Giá trị trung bình: $X_{lb} = 434,0$
- Độ lệch chuẩn: $S = 8,49$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm: $d2s = 23,52$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm so với giá trị trung bình: $1s \% = 1,96 \%$
 $d2s \% = 5,42 \%$
- So sánh: $1s \% < [1s \%] = 2,3$ (Bảng 1) → Đảm bảo độ chụm.
 $d2s \% < [d2s \%] = 6,5$ (Bảng 1) → Đảm bảo độ chụm.

- Kết quả thí nghiệm $x_{lb} = 434,0$.

Ví dụ 3: Đánh giá kết quả thí nghiệm độ nhớt ở 60 °C liên phòng thí nghiệm

Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thí nghiệm độ nhớt ở 60 °C của mẫu nhựa đường sau RTFOT được thực hiện tại liên phòng thí nghiệm A và B như Ví dụ 1 và Ví dụ 2 ở trên.

Giải: Tính toán theo trình tự các bước ở A.2 ta được:

- Giá trị trung bình: $X_{lb} = 445,3$
- Độ lệch chuẩn: $S = 15,91$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm: $d2s = 44,10$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm so với giá trị trung bình: $1s \% = 3,57 \%$
 $d2s \% = 9,90 \%$
- So sánh: $1s \% < [1s \%] = 4,2$ (Bảng 1) → Đảm bảo độ chụm.
 $d2s \% < [d2s \%] = 11,9$ (Bảng 1) → Đảm bảo độ chụm.
- Kết quả thí nghiệm $x_{lb} = 445,3$.

Phụ lục B

(tham khảo)

**Phương pháp đánh giá độ chụm với kết quả thí nghiệm
tổn thất khối lượng**

B.1 Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thử nghiệm. Nếu độ chụm thỏa mãn quy định ở Bảng 2 hoặc Bảng 3 thì kết quả báo cáo bằng trung bình của 2 kết quả thử nghiệm. Nếu không thỏa mãn thì phải thí nghiệm lại.

B.1.1 Kết quả thử nghiệm có thể là giá trị thí nghiệm của một mẫu hoặc trung bình của 2 mẫu thí nghiệm thỏa mãn quy định độ chụm.

B.1.2 Sự khác nhau giữa hai kết quả thử nghiệm biểu thị bằng độ lệch chuẩn và giới hạn chấp thuận của hai kết quả thử nghiệm phải nhỏ hơn giới hạn cho phép.

B.1.3 Giới hạn cho phép của một chỉ tiêu kỹ thuật được xác định bằng phân tích thống kê từ nghiên cứu thực nghiệm ở nhiều phòng thí nghiệm trên số mẫu thử lớn.

B.2 Trình tự đánh giá độ chụm từ hai kết quả thí nghiệm x_1 và x_2

B.2.1 Tính giá trị trung bình:

$$x_{tb} = \frac{x_1 + x_2}{2} \quad (B.1)$$

Có thể dùng hàm AVERAGE($x_1:x_2$) trong Excel để tính giá trị trung bình

B.2.2 Tính độ lệch chuẩn theo công thức tại Bảng 2:

$$\text{Thử nghiệm đơn phòng: } 1s = 0,0061 + 0,0363 (X) \quad (B.2)$$

$$\text{Thử nghiệm liên phòng: } 1s = 0,00153 + 0,1365 (X) \quad (B.3)$$

B.2.3 Tính sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm theo công thức tại Bảng 2:

$$\text{Thử nghiệm đơn phòng: } d2s = (0,0061 + 0,0363 (X_{avg})) \times (2,83) \quad (B.4)$$

$$\text{Thử nghiệm liên phòng: } d2s = (0,00153 + 0,1365 (X_{avg})) \times (2,83) \quad (B.5)$$

B.2.4 So sánh:

- Nếu $1s \leq$ giới hạn cho phép [$1s$] và $d2s \leq$ giới hạn cho phép [$d2s$] thì đảm bảo độ chụm thí nghiệm. Kết quả thí nghiệm bằng giá trị trung bình.

- Nếu $1s >$ giới hạn cho phép [$1s$] và $d2s >$ giới hạn cho phép [$d2s$] thì không đảm bảo độ chụm thí nghiệm. Thí nghiệm lại.

Ví dụ 1: Đánh giá kết quả thử nghiệm tổn thất khối lượng tại phòng thí nghiệm A (đơn phòng)

Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thí nghiệm tổn thất khối lượng của mẫu nhựa đường sau RTFOT được thực hiện tại phòng thí nghiệm A: $x_1 = 0,027 \%$; $x_2 = 0,031 \%$.

Giải: Tính toán theo trình tự các bước ở B.2 ta được:

$$\text{– Giá trị trung bình: } X_{tb} = 0,029 \%$$

$$\text{– Độ lệch chuẩn: } 1s_1 = 0,0071$$

$$1s_2 = 0,0072$$

- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm: $d2s = 0,0202$
- So sánh: $1s < [1s] = 0,0079$ (Bảng 3) → Đảm bảo độ chụm.
 $d2s < [d2s] = 0,0224$ (Bảng 3) → Đảm bảo độ chụm.
- Kết quả thí nghiệm $x_{tb} = 0,029 \%$.

Ví dụ 2: Đánh giá kết quả thử nghiệm tổn thất khối lượng tại phòng thí nghiệm B (đơn phòng)

Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thí nghiệm tổn thất khối lượng của mẫu nhựa đường sau RTFOT được thực hiện tại phòng thí nghiệm A: $x_1 = 0,048 \%$; $x_2 = 0,040 \%$.

Giải: Tính toán theo trình tự các bước ở B.2 ta được:

- Giá trị trung bình: $X_{tb} = 0,044 \%$
- Độ lệch chuẩn: $1s_1 = 0,0078$
 $1s_2 = 0,0076$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm: $d2s = 0,0218$
- So sánh: $1s < [1s] = 0,0079$ (Bảng 3) → Đảm bảo độ chụm.
 $d2s < [d2s] = 0,0224$ (Bảng 3) → Đảm bảo độ chụm.
- Kết quả thí nghiệm $x_{tb} = 0,044 \%$.

Ví dụ 3: Đánh giá kết quả thí nghiệm tổn thất khối lượng liên phòng thí nghiệm

Đánh giá độ chụm của 2 kết quả thí nghiệm tổn thất khối lượng của mẫu nhựa đường sau RTFOT được thực hiện tại liên phòng thí nghiệm A và B như Ví dụ 1 và Ví dụ 2 ở trên.

Giải: Tính toán theo trình tự các bước ở B.2 ta được:

- Giá trị trung bình: $X_{tb} = 0,037 \%$
- Độ lệch chuẩn: $1s_1 = 0,0055$
 $1s_2 = 0,0075$
- Sự khác nhau giữa 2 kết quả thử nghiệm: $d2s = 0,0184$
- So sánh: $1s < [1s] = 0,0084$ (Bảng 3) → Đảm bảo độ chụm.
 $d2s < [d2s] = 0,0236$ (Bảng 3) → Đảm bảo độ chụm.
- Kết quả thí nghiệm $x_{tb} = 0,037 \%$.