

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 13934:2024**

Xuất bản lần 1

**PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH KHẢ NĂNG ỨNG CHẾ ĂN MÒN  
THÉP TRONG BÊ TÔNG CỦA PHỤ GIA BẰNG ĐIỆN TRỞ  
PHÂN CỰC TRONG NƯỚC CHIẾT HỒ XI MĂNG**

*Test method for Determination of Corrosion Inhibiting for Steel of Admixtures in  
Concrete by Polarization Resistance in Cementitious Slurries*

HÀ NỘI – 2024

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn.....	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	6
4 Thiết bị và dụng cụ.....	7
5 Vật liệu và hóa chất .....	8
6 Cách tiến hành.....	9
7 Kết quả thí nghiệm.....	10
8 Báo cáo thử nghiệm.....	10
9 Độ chụm và độ chệch .....	10
Phụ lục A (Tham khảo) Tính toán độ chụm.....	12

## **Lời nói đầu**

**TCVN 13934:2024** được xây dựng trên cơ sở tham khảo ASTM G180-21 Standard Test Method for Corrosion Inhibiting Admixtures for Steel in Concrete by Polarization Resistance in Cementitious Slurries.

**TCVN 13934:2024** do Viện Vật liệu xây dựng – Bộ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Phương pháp xác định khả năng ức chế ăn mòn thép trong bê tông của phụ gia bằng điện trở phân cực trong nước chiết hồ xi măng**

*Test method for Determination of Corrosion Inhibiting for Steel of Admixtures in Concrete by Polarization Resistance in Cementitious Slurries*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định khả năng ức chế ăn mòn thép trong bê tông của phụ gia bằng điện trở phân cực trong nước chiết hồ xi măng. Tiêu chuẩn này có thể được sử dụng để đánh giá các chất ức chế ăn mòn thép trong bê tông do clorua cũng như đánh giá mức độ ăn mòn bởi phụ gia hoặc trong môi trường clorua.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho nhũ tương.

CHÚ THÍCH 1: Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thử đánh giá các loại phụ gia ức chế ăn mòn cốt thép trong bê tông, phù hợp cho việc phát triển các loại phụ gia nhằm giảm sự ăn mòn cốt thép trong bê tông. Tiêu chuẩn này cũng phù hợp cho việc xác định mức độ ảnh hưởng đến ăn mòn cốt thép trong bê tông sử dụng phụ gia so với mẫu đối chứng không có phụ gia.

CHÚ THÍCH 2: Khi mức độ hiệu quả giảm ăn mòn cao, phụ gia có thể làm giảm tốc độ ăn mòn một bậc độ lớn so với mẫu đối chứng chỉ sử dụng muối clorua thì có thể kết luận phụ gia là chất ức chế ăn mòn. Tuy nhiên, khi hiệu quả chống ăn mòn ở mức thấp, cần thí nghiệm thêm bằng các phương pháp khác mới có thể kết luận là loại phụ gia sử dụng có khả năng ức chế ăn mòn hay không.

CHÚ THÍCH 3: Phương pháp thử nghiệm này không được sử dụng để dự đoán tính năng tại hiện trường. Quá trình lọc trong phương pháp thử nghiệm này không phù hợp để đánh giá nhũ tương.

### **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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).

TCVN 2682:2020 Xi măng pooc lăng - Yêu cầu kỹ thuật

TCVN 6067:2018 Xi măng Poóc lăng bền sulfat

TCVN 9639:2013 Muối (Natri Clorua) tinh

ASTM C670 Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials (*Hướng dẫn chuẩn bị công bố độ chụm và độ chệch cho các phương pháp thử đối với vật liệu xây dựng*)

ASTM E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

## **TCVN 13934:2024**

*(Hướng dẫn thực hiện một nghiên cứu liên phòng thí nghiệm để xác định độ chính xác của một phương pháp thử)*

ASTM G3 Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing  
*(Các quy ước áp dụng cho các phép đo điện hóa trong thí nghiệm ăn mòn)*

ASTM G5 Reference Test Method for Making Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements  
*(Phương pháp thử nghiệm tham khảo để thực hiện phép đo điện hóa phân cực dương)*

ASTM G59 Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements  
*(Phương pháp thử nghiệm để thực hiện phép đo trở kháng phân cực điện thế động)*

ASTM G193 Terminology and Acronyms Relating to Corrosion *(Thuật ngữ và viết tắt liên quan đến ăn mòn)*

### **3 Thuật ngữ và định nghĩa**

#### **3.1**

**Điện trở phân cực** (Polarization resistance)

Độ dốc ( $dE/di$ ) của đường cong điện thế ( $E$ ) – mật độ dòng điện ( $i$ ) ở điện thế mà tại đó xảy ra ăn mòn.

#### **3.2**

**Điện cực làm việc** (Working electrode)

Điện cực thử nghiệm hoặc mẫu thử trong bình điện phân.

#### **3.3**

**Điện cực phụ trợ** (Auxiliary electrodes)

Điện cực trong một bình điện phân được sử dụng để chuyển dòng điện đến hoặc đi từ một điện cực.

#### **3.4**

**Điện cực tham chiếu** (Reference electrodes)

Một điện cực có điện thế ổn định và có thể tái tạo, được sử dụng để đo điện thế khác với thế điện cực.

#### **3.5**

**Đường cong phân cực** (polarization curve)

Biểu đồ của mật độ dòng điện đối với thế điện cực khi nhúng điện cực trong dung dịch điện phân.

#### **3.6**

**Điện thế mạch hở** (Open-circuit potential)

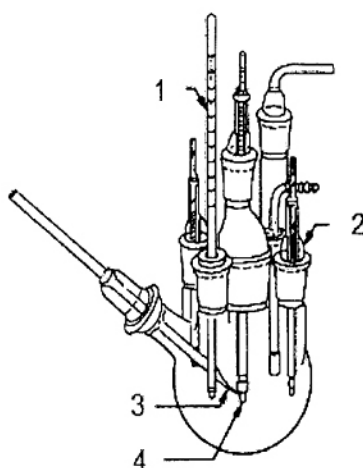
Điện thế của bề mặt ăn mòn trong dung dịch điện phân được đo trong điều kiện mạch hở so với điện cực tham chiếu.

## 4 Thiết bị và dụng cụ

### 4.1 Bình thí nghiệm điện hóa

Là một bình chứa dung dịch thí nghiệm có cấu tạo để giữ các bộ phận: điện cực làm việc, hai điện cực đối, điện cực so sánh, nhiệt kế. Bình thí nghiệm phải được làm từ vật liệu không bị ăn mòn, hư hỏng và không làm bẩn dung dịch thí nghiệm.

Hình 1 là một ví dụ về cấu tạo của bình thí nghiệm điện hóa. Bình có dạng hình cầu đáy tròn có các cổ nút cho phép giữ chặt các điện cực và nhiệt kế.



CHÚ DẪN:

- |                        |                      |
|------------------------|----------------------|
| 1) Nhiệt kế            | 3) Điện cực so sánh  |
| 2) Giá đỡ điện cực đối | 4) Điện cực làm việc |

**Hình 1 - Mô hình bình thí nghiệm điện hóa**

### 4.2 Máy đo điện hóa

Có thể duy trì một điện thế nhất định dao động trong phạm vi 1 mV trên một dải rộng các dòng điện áp dụng. Đối với loại và kích thước của mẫu thử tiêu chuẩn được cung cấp, máy đo phải có dải điện thế từ - 0,6 V đến 1,6 V và dải đầu ra của dòng anot từ 1,0  $\mu\text{A}$  đến  $10^5 \mu\text{A}$ . Ngoài ra, còn có khả năng làm thay đổi điện thế ở tốc độ quét không đổi và đo được dòng điện.

**4.3 Thiết bị có thể ghi lại sự biến động của điện thế và dòng điện.**

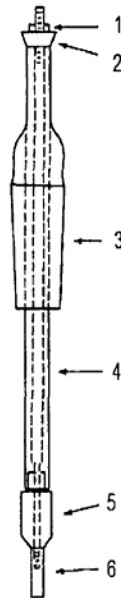
### 4.4 Giá đỡ điện cực

Điện cực phụ trợ và điện cực làm việc được gắn trên một giá đỡ (Hình 2). Giá đỡ điện cực làm việc cần dài hơn so với giá giữ điện cực phụ trợ. Miếng đệm TFE-fluorocarbon có tác dụng tránh rò rỉ nhờ áp lực nén vào điện cực. (Áp lực quá lớn có thể gây ra tắc nghẽn điện cực hoặc vỡ giá đỡ thủy tinh, áp lực quá thấp có thể gây ra rò rỉ và sau đó ăn mòn theo đường rò rỉ đẩy làm ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm).

4.5 Điện cực làm việc

Được làm từ thép các bon C1215 có chiều dài 12,7 mm và đường kính 9,5 mm.

CHÚ THÍCH 4: Nếu sử dụng điện cực khác với các dạng được mô tả ở trên, ví dụ như dạng tấm phẳng, cần chú ý không được để xuất hiện các vết nứt, vì điều này có thể dẫn đến sai lệch kết quả.



CHÚ DẪN:

- |                    |                                   |
|--------------------|-----------------------------------|
| 1) Nút miệng       | 4) Thanh gắn điện cực             |
| 2) Miếng đệm       | 5) Miếng đệm nén TFE-Fluorocarbon |
| 3) Giá đỡ điện cực | 6) Điện cực                       |

Hình 2 – Giá đỡ điện cực

4.6 Điện cực đối

Hai thanh graphite hoặc lưới Platin-Niobi hoặc lưới Platin

4.7 Điện cực so sánh

Thường là điện cực Calomen bão hòa với tốc độ rò rỉ được kiểm soát khoảng 3  $\mu\text{L/h}$ .

5 Vật liệu và hóa chất

5.1 Xi măng Pooc lăng theo TCVN 2682 :2020 (với hàm lượng  $\text{C}_3\text{A}$  từ 6 % đến 10 %).

5.2 Giấy lọc có kích thước lỗ 1,1  $\mu\text{m}$ .

5.3 Que khuấy Polytetrafluoroetylen (PTFE).

5.4 Thanh thép C1215 tròn, có diện tích tiếp xúc với dung dịch là 5,1  $\text{cm}^2$ .

5.5 Natri clorua, theo TCVN 9639:2013.

5.6 Canxi hydroxit.

5.7 Các phụ gia thử nghiệm.

5.8 Khí nén không chứa carbon dioxit.<sup>1</sup>

## 6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị hồ xi măng bao gồm 1000 g nước và 200 g xi măng. Trộn kỹ, khuấy đều trong 60 min và lọc bằng giấy lọc.

Thêm một lượng phụ gia với tỉ lệ như trong bê tông. Khi sử dụng phụ gia để giảm nước, lượng nước 35 mL giảm đi từ 1000 mL ban đầu (còn lại 965 mL) tương đương với 5 L nước giảm đi cho 1 m<sup>3</sup> bê tông. Với các liều lượng phụ gia khác cũng được tính toán dựa trên tỉ lệ này.

6.2 Lọc lại bằng giấy lọc và thêm dung dịch canxi hydroxit 4 g/L và khuấy thêm 30 min nữa.

6.3 Chuẩn bị bình điện hóa tiêu chuẩn theo 5.1 và đổ đầy vào bình 900 ml dung dịch hồ xi măng đã được lọc ở 7.2. Sục khí không chứa CO<sub>2</sub> vào bình điện hóa. Tốc độ dòng khí không chứa CO<sub>2</sub> không nhỏ hơn 300 mL/min.

6.4 Chuẩn bị thanh thép

6.4.1 Tẩy sạch dầu mỡ thanh thép bằng sóng siêu âm trong hexan trong 2 min. Nếu không có bể siêu âm, ngâm thanh thép trong hexan và lau khô.

6.4.2 Mài ướt thanh thép bằng giấy nhám có độ nhám 600 và rửa sạch bằng nước khử ion.

6.4.3 Thực hiện lại các bước theo 6.4.1 để đảm bảo thanh thép khô hoàn toàn trước khi lắp vào giá đỡ.

CHÚ THÍCH 5: Quá trình này loại bỏ dầu máy và chất ức chế có thể bám trên bề mặt thanh thép do quá trình đóng gói.

6.5 Vừa sục khí không chứa CO<sub>2</sub> vào bình thí nghiệm vừa cho các điện cực vào dung dịch thử trong vòng 24 h.

6.5.1 Thêm NaCl vào dung dịch lọc thu được trong 7.3 (đã được sục khí không chứa CO<sub>2</sub> trong 24 h), để thu được dung dịch có nồng độ NaCl 0,5 M hoặc 1 M. Tiếp tục khuấy và sục khí không chứa CO<sub>2</sub> thêm 4 h. Sau 4 h, dừng khuấy và tiếp tục sục khí thêm 20 h nữa.

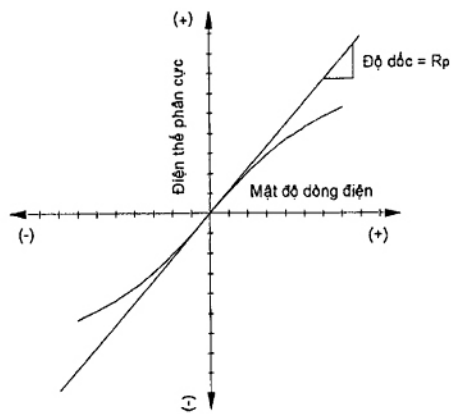
6.5.2 Đo điện thế mạch hở.

6.5.3 Đo điện trở phân cực ( $R_p$ ) bằng cách ghi lại đường cong phân cực thể điện động ở tốc độ quét 0,167 mV/s, từ -20 mV đến +20 mV so với điện thế mạch hở.

6.5.4 Vẽ đồ thị đường cong điện trở phân cực là đồ thị tuyến tính giữa điện thế và dòng điện theo ASTM G3.

<sup>1</sup> Có thể sử dụng máy tạo khí không chứa CO<sub>2</sub> (thường được sử dụng cho thiết bị FT-IR)





Hình 3 – Đồ thị phân cực tuyến tính giả thiết

6.5.5 Xác định điện trở phân cực  $R_p$ , là hệ số góc của tiếp tuyến đường cong điện trở phân cực tại  $i = 0$  như mô tả trong ASTM G59. Tốc độ ăn mòn được biểu thị bằng  $1/R_p$  đơn vị là  $\mu\text{S}/\text{cm}^2$ .

CHÚ THÍCH 6: Ví dụ về đường cong điện trở phân cực được trình bày trong Hình A1.4.

7 Kết quả thí nghiệm

7.1 Phụ gia được coi là chất ức chế ăn mòn theo tiêu chuẩn này nếu giá trị trung bình  $\log_{10}(1/R_p)$  bằng 1 hoặc nhỏ hơn giá trị trung bình của mẫu chỉ sử dụng clorua.

7.2 Nếu phụ gia không làm giảm giá trị trung bình của  $1/R_p$  xuống một bậc độ lớn thì cần có phương pháp thử khác để xác định xem đó có phải là chất ức chế hay không.

7.3 Phụ gia được coi là chất ăn mòn nếu làm tăng một bậc độ lớn giá trị trung bình của  $1/R_p$  so với hồ xi măng không chứa clorua hoặc chất ức chế.

CHÚ THÍCH 7: Sự thay đổi một bậc độ lớn của  $1/R_p$  chính là sự thay đổi 1 đơn vị của  $\log_{10}(1/R_p)$ . Giá trị logarit rất có ích trong việc so sánh tốc độ ăn mòn vì tốc độ ăn mòn của các mẫu khác nhau hoặc điều kiện khác nhau dẫn đến kết quả độ lớn của  $1/R_p$  khác nhau.

8 Báo cáo thử nghiệm

8.1 Ghi lại các thông tin sau trong báo cáo thử nghiệm.

8.1.1 Giá trị điện thế mạch hở (OCP) so với SCE (điện cực Calomen - điện cực tham chiếu).

8.1.2 Tốc độ ăn mòn  $1/R_p$ , đơn vị  $\mu\text{S}/\text{cm}^2$ .

9 Độ chụm và độ chệch

9.1 Độ chụm

Độ chụm sau đây dựa trên tổng hợp độ chụm ước tính.

### 9.1.1 Chương trình thử nghiệm liên phòng

Một nghiên cứu liên phòng thử nghiệm với phụ gia ức chế ăn mòn cốt thép trong bê tông đã được thực hiện vào năm 2001. Mỗi phòng trong số sáu phòng thí nghiệm đã thử nghiệm hai mẫu được lấy ngẫu nhiên trong số bốn vật liệu (hai loại dung dịch natri clorua 0,5 M và 1,0 M, một mẫu có và một mẫu không có 35 mL/L dung dịch canxi nitrit hàm lượng 30 %). Phương pháp nghiên cứu theo ASTM E691.

### 9.1.2 Độ chụm một người thử nghiệm

Độ lệch chuẩn của kết quả thí nghiệm do một người làm thí nghiệm đơn lẻ đối với hàm logarit cơ số 10 là 0,36. Do đó, các giá trị  $\log_{10}(1/R_p)$  của hai thử nghiệm được tiến hành bởi cùng một người không được chênh lệch lớn hơn 1,0.

### 9.1.3 Độ chụm liên phòng thử nghiệm

Độ lệch chuẩn liên phòng của lôgarit cơ số 10 của một kết quả thử nghiệm đơn lẻ là 0,44. Do đó, các giá trị  $\log_{10}(1/R_p)$  của hai phép thử được tiến hành đúng quy trình trong các phòng thí nghiệm khác nhau không được chênh lệch lớn hơn 1,24.

CHÚ THÍCH 9: Những số liệu này tương ứng với các giới hạn (1s) và (2ds) theo ASTM C670

## 9.2 Độ chệch

Chưa có tài liệu thông tin phù hợp để xác định độ chệch của tiêu chuẩn này, chưa có thông báo về độ chệch đã được xác định.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Tính toán độ chụm

A.1 Thông tin về độ chụm của kết quả thí nghiệm theo tiêu chuẩn này được lấy từ một nghiên cứu liên phòng với hai mẫu thử cho mỗi nồng độ mol. Thống kê và phân tích dữ liệu được thực hiện trên phần mềm phân tích dữ liệu liên phòng theo ASTM E691 và kết quả đo  $1/R_p$  được trình bày trên Bảng A của tiêu chuẩn này. Giá trị độ lặp lại ( $S_r$ ,  $r$ ) và độ tái lập ( $S_R$ ,  $R$ ) là cho logarit cơ số 10 của  $1/R_p$ . Trong đó,  $S_r$ ,  $r$ ,  $S_R$ ,  $R$  được định nghĩa là:

$S_r$  = độ lệch chuẩn lặp lại [ $\log(\mu\text{S}/\text{cm}^2)$ ] (1s),

$r$  = giới hạn lặp lại 95% trong phòng thí nghiệm [ $\log(\mu\text{S}/\text{cm}^2)$ ] (2ds),

$S_R$  = độ lệch chuẩn tái lập [ $\log(\mu\text{S}/\text{cm}^2)$ ] (1s),

$R$  = giới hạn tái lập 95% giữa các phòng thí nghiệm [ $\log(\mu\text{S}/\text{cm}^2)$ ] (2ds).

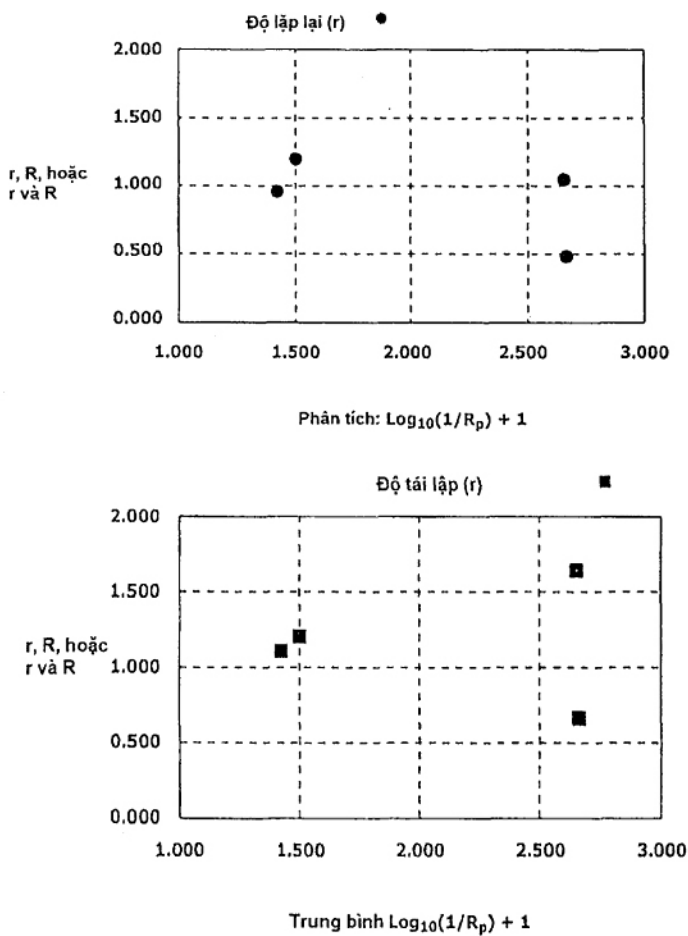
A.2 Nghiên cứu này đáp ứng yêu cầu tối thiểu để xác định độ chụm theo ASTM E691 về số lượng phòng thí nghiệm, vật liệu và phép thử (Bảng A.1)

**Bảng A.1 Phân tích thống kê của phần mềm**  
**Phân tích dữ liệu liên phòng về ăn mòn điện hóa E691**

Số lượng phòng thí nghiệm, vật liệu, số thí nghiệm trong nghiên cứu DOES đạt được yêu cầu tối thiểu đối với xác định độ chụm quy định trong E691					
	Nghiên cứu này			Tối thiểu theo E691	
Số phòng thí nghiệm	6			6	
Số lượng vật liệu	4			3	
Số lượng thí nghiệm	2			2	
Báo cáo độ chụm của phương pháp					
Độ chụm và độ tái lập của $\text{Log}_{10}(1/R_p)$ đối với mỗi vật liệu					
Độ chụm, đặc trưng bởi độ lặp lại ( $S_r$ , $r$ ) và độ tái lập ( $S_R$ , $R$ ) được xác định cho mỗi loại vật liệu					
Vật liệu	Trung bình	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
	$\text{Log}_{10}(\mu\text{S}/\text{cm}^2)$				
0,5M NaCl	1,65	0,38	0,59	1,05	1,64
0,5M NaCl + $\text{Ca}(\text{NO}_2)_2$	0,42	0,34	0,4	0,95	1,11
1,0M NaCl	1,66	0,17	0,23	0,49	0,66
1,0M NaCl + $\text{Ca}(\text{NO}_2)_2$	0,49	0,43	0,43	1,20	1,20
Độ chụm và độ tái lập của $\text{Log}_{10}(1/R_p)$ tất cả các vật liệu					
	Trung bình	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
	$\text{Log}_{10}(\mu\text{S}/\text{cm}^2)$				
	1,06	0,36	0,44	1,00	1,24
Trong đó: $S_r$ = độ lệch chuẩn lặp lại $R$ = 95% giới hạn độ lặp lại (trong phòng thí nghiệm) $S_R$ = độ lệch chuẩn tái lập $R$ = 95% giới hạn độ tái lập (giữa các phòng thí nghiệm)					

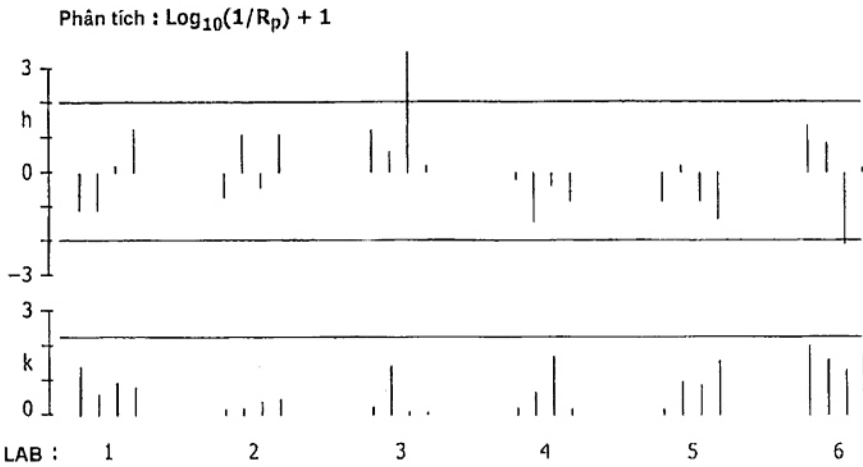
A.3 Hình A.1 là đồ thị của  $r$  và  $R$  với  $[\log_{10}(1/R_p) + 1]$ . Do phần mềm phân tích dữ liệu ASTM không nhận số âm nên người ta đã thêm 1 đơn vị vào giá trị  $\log_{10}(1/R_p)$ . Thêm một hằng số vào các giá trị thì không làm thay đổi độ lệch ước tính. Tuy nhiên, sẽ làm thay đổi giá trị trung bình tính toán. Trong bảng A.1, các giá trị trung bình đã được hiệu chỉnh trừ đi 1 đơn vị so với số liệu thu được từ phần mềm. Trên Hình A.1, giá trị trung bình không được hiệu chỉnh. Không có dấu hiệu cho thấy độ chụm thay đổi một cách có hệ thống với mức trung bình. Do đó, các ước tính tổng hợp về độ chụm được xác định phải có giá trị trong phạm vi  $1/R_p$  trong nghiên cứu liên phòng thử nghiệm.

A.4 Thống kê tính nhất quán cho  $\log_{10}(1/R_p)$  theo phòng thí nghiệm và theo vật liệu được trình bày trên Hình A.2 và Hình A.3 tương ứng. Thống kê  $h$  kiểm tra tính nhất quán của các kết quả thử nghiệm từ phòng thí nghiệm đến phòng thí nghiệm. Thống kê  $k$  kiểm tra tính nhất quán của độ chụm trong phòng từ phòng thí nghiệm đến phòng thí nghiệm. Trong đồ thị này, trục hoành là giá trị giới hạn của  $h$  và  $k$  ở mức ý nghĩa thống kê 0,5%. Có một vài điểm vượt quá giá trị giới hạn đối với  $h$  hoặc  $k$  trên mỗi đồ thị. Do đó, dữ liệu có vẻ nhất quán với phân tích này.

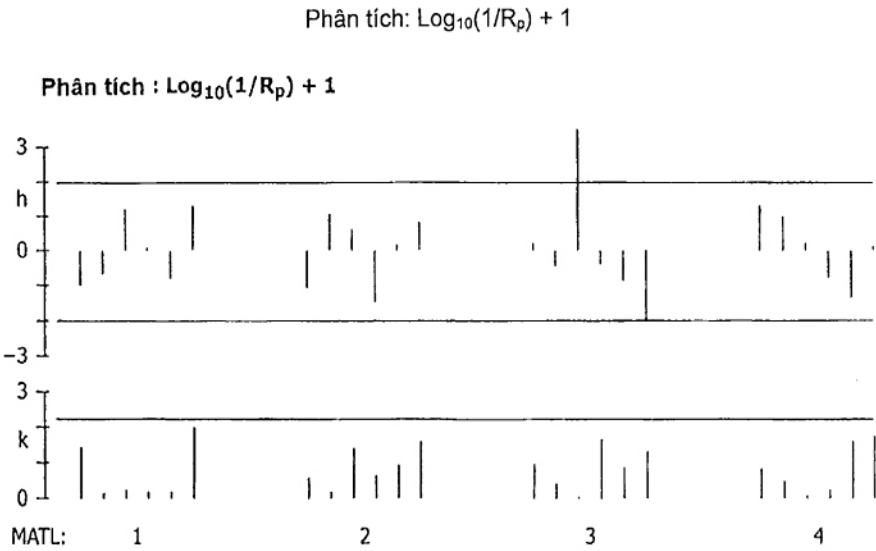


Hình A.1  $r$  và  $R$  so với trung bình của vật liệu

Phân tích:  $\log_{10}(1/R_p) + 1$



Hình A.2 Thống kê nhất quán với phòng thí nghiệm



Hình A.3 Thống kê nhất quán với vật liệu

Phân tích:  $\text{Log}_{10}(1/R_p) + 1$

---