防蝕工程 第十七卷第四期 第331~340頁 民國92年12月 Journal of Chinese Corrosion Engineering, Vol.17 No.4, PP. 331~340 (2003)

# 高溫注氫純水環境下採行抑制性被覆 304 不銹鋼之腐 蝕行爲研究

蔡春鴻1.\*、葉宗洸2、鄭宇翔1

# Corrosion Behavior of Type 304 Stainless Steels Treated with Inhibitive Coatings in High Temperature Hydrogen Water Chemistry Environments

C. H. Tsai<sup>1,\*</sup>, T. K. Yeh<sup>2</sup>, Y. S. Cheng<sup>1</sup>

#### 摘要

隨著沸水式反應器 (Boiling Water Reactor, BWRs) 運轉時間的增長,反應器組件材料 遭受沿晶應力腐蝕龜裂 (Intergranular Stress Corrosion Cracking, IGSCC) 以及輻射促進應力 腐蝕龜裂的機率也逐漸提高。近年來,許多擁有BWR的電廠均已採用於飼水中添加氫氣的 加氫水化學(Hydrogen Water Chemistry, HWC) 技術,藉以防制 IGSCC 與 IASCC 的發生。 文獻資料顯示,HWC確實對沸水式反應器主冷卻迴路中的部分組件,具有防蝕保護的效 果。然而,HWC 技術的應用並非完美無缺,在較高飼水注氫量下 (通常在 0.6 ppm 以上), 它具有提昇管路輻射計量的副作用;且對於壓力槽內部接近爐心出口附近的組件,如爐心 上方空間和爐心側版上部等過氧化氫濃度偏高的區域,不能有效抑制 IGSCC 的發生。因 此,為達到在 HWC 狀態下進一步保護爐心出口附近若干區域之目的,甚至在無注氫狀態 下達到全面防制組件發生 IGSCC 的目標,我們選擇抑制性被覆進行BWR組件之防蝕可行 性研究。

本研究以氧化鋯(ZrO<sub>2</sub>)、氧化鈦(TiO<sub>2</sub>)及二硝酸基氧化鋯[ZrO(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]等化合物做為 試藥,在模擬BWR水化學循環迴路中,針對 150 °C 被覆處理後之304不銹鋼,進行電化學 腐蝕電位(Electrochemical Corrosion Potential, ECP)量測與慢應變速率拉伸測試,藉以了解 此一材料在不同被覆狀態下,於高溫注氫純水環境中的腐蝕行為。研究結果發現,經過氧 化鋯、氧化鈦或二硝酸基氧化鋯被覆處理後的試片,在相同水化學環境中其 ECP 值皆比預 長氧化膜試片來的低,且在注氫環境中其 ECP 值較未注氫時低,注氫量增加和抑制性被覆 處理均會使 ECP 值下降,兩者同時進行對降低 ECP 值有加成效果。在慢應變速率拉伸實 驗的部分,我們發現隨著注氫量提高被覆與未被覆試片的 IGSCC 比例皆有降低的趨勢,並

1 國立清華大學工程與系統科學系

Department of Engineering and System Science

<sup>2</sup>國立清華大學原子科學技術發展中心

Nuclear Science and Technology Development Center National Tsing Hua University Hsinchu, Taiwan, R. O. C

<sup>\*</sup>連絡作者(TEL:03-574-2661)

有較大的伸長量與較長的斷裂時間;在相同水化學環境中預氧化膜試片出現 IGSCC 比例較覆模試片低但差異不大,且有較小的伸長量與較短的斷裂時間,顯示試片 IGSCC 起始的時間確實因抑制性被覆處理而延長,得 到較長的斷裂時間、斷裂最大應力值、伸長量與數量較少的二次裂口,對抑制 IGSCC 有正面成效。 關鍵詞:沿晶應力腐蝕;抑制性被覆;氧化鋯。

#### ABSTRACT

Incidents of intergranular stress corrosion cracking (IGSCC) and irradiation-assisted stress corrosion cracking (IASCC) of stainless steel components in the primary coolant circuits of boiling water reactors (BWRs) are occurring with increasing frequency as the power reactors age. In the past decade, the HWC technique has been widely adopted as a measure for mitigating IGSCC and IASCC in BWR vessel internal components. However, this technique is not without problems. Along with the application of HWC is a shortcoming of exerting a high man-REM cost on the operator due to elevated radiation fields. Furthermore, it is not at all clear that HWC is effective in protecting some components against IGSCC, particularly for protecting in-vessel components that are exposed to high gamma and neutron fields. Therefore, new technologies, such as inhibitive coatings, were brought into consideration to enhance the effectiveness of HWC. In this study, experiments were conducted to investigate the effects of inhibitive coating with TiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, and ZrO(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> by chemical immersion at 150 oC on Type 304 SS. Measurements of electrochemical corrosion potential (ECP) and slow strain rate tensile (SSRT) tests in simulated BWR circulation loop to investigate the effects of inhibitive coating with zirconium oxide and with a compound containing zirconium oxide on Type 304. Test results showed that the treated SS specimens exhibited lower ECP than the pre-oxidized specimen, and the specimens exhibited lower ECP in higher than in lower hydrogen consumption. Increasing hydrogen concentration and treating IPC both can reduce ECP. In the SSRT test results, all tested specimens showed less IGSCC in higher hydrogen concentration, and had the longer elongation and fracture time. In the same water chemistry environments, preoxidized one had less IGSCC, the lowest elongation and the shortest fracture time. The results indicated that IPC did prolong the crack initial times to get longer fracture times, larger maximum fracture stress, and less second cracks. That can provide protection against IGSCC.

Keywords: Intergranular Stress Corrosion Cracking; inhibitive coating; zirconium oxide.



沿晶應力腐蝕龜裂(Intergranular Stress Corrosion Cracking, IGSCC)困擾核能工業界已有多 年歷史,有鑑於沸水式反應器(Boiling Water Reactors, BWRs)近年來發生於壓力槽內部組件的 劣化個案時有所聞,各國研究機構無不投入極大心 力進行組件防蝕的研究。多項抑制 IGSCC 的方法曾 被提出並廣泛地加以研究,然而這些技術多半僅能 解決部份可更換組件的劣化問題。對於解決服役中 電廠壓力槽內部組件的腐蝕現象,則以從改變水質 環境著手的加氫水化學 (Hydrogen Water Chemistry, HWC) 技術較受重視<sup>[14]</sup>。然而,HWC技術的應用 並非完美無缺,在較高飼水注氫量下(通常在 0.6ppm 以上),它具有提昇管路輻射計量的副作 用,此一負面的副作用來自於因氮-16 增加而造成 的運轉劑量率上升,以及因鈷-60 增加而造成的停 機劑量率上升。

此外,HWC 對於部份壓力槽內組件,如爐心上 方空間和爐心側板上部等過氧化氫濃度偏高的區 域,雖可減緩裂縫成長速率,但並不能有效抑制 IGSCC 的發生。於是增益或取代 HWC 的被覆處理 技術陸續被提出研究<sup>[5-10]</sup>,以求使用低注氫量甚至 不需注氫即可達到保護主冷水迴路的效果,藉此不 但氫的消耗率可因而減少或完全省略,工作人員的 輻射劑量更可隨之降低。

就原理而言,被覆技術主要可區分為催化性與 抑制性兩種。其中催化性被覆以貴重金屬化學添加 (Noble Metal Chemical Addition, NMCA)技術最具 代表性,文獻資料證實 NMCA 確實具有降低 IGSCC 的功效,並同時具備低注氫量需求與低輻射 劑量率的優點;然其缺點除為必須配合低量注氫使 用外,尚有可能造成部分高氧化性環境中組件加速 腐蝕的疑慮。抑制性被覆則不具有上述的缺點,因 此未來有可能成為取代 NMCA 的有效防蝕技術。此 一類型被覆的應用原理是抑制金屬表面所有氧化還 原反應的發生,不若 NMCA 有催化氧化劑還原的作 用而須配合低量注氫使用。所以即使針對爐心出口 附近的高氧化性環境,此一被覆技術仍具有腐蝕抑 制的功能。

為瞭解抑制性被覆於 HWC 狀態下對 304 不銹 鋼的腐蝕抑制效益,本實驗以氧化鋯 (ZrO<sub>2</sub>)、氧化 鈦 (TiO<sub>2</sub>) 及二硝酸基氧化鋯 [ZrO (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] 等化合物 做為試藥,於 150℃的環境下以熱水沉積法 (Hydrothermal Deposition)進行 304 不銹鋼試片的 被覆處理後,在模擬BWR加氫水化學環境的循環迴 路中,進行試片的電化學腐蝕電位 (Electrochemical Corrosion Potential, ECP)量測與慢應變速率拉伸 (Slow Strain Rate Tensile, SSRT)測試。目的在於瞭 解抑制性被覆對 304 不銹鋼在實施 HWC 的模擬 BWR 水質環境下所提供的防蝕增益效果及其腐蝕抑 制機制;以及不同被覆條件下,304 不銹鋼於高溫 注氫純水環境中的腐蝕行為。



2.1試片

本研究所用的試片材料為 304 不銹鋼,主要進 行兩項實驗用以評估接受抑制性被覆後 304 不銹鋼 的腐蝕行為,試片先置於高溫爐管中進行敏化熱處 理。熱處理條件為 650℃,持溫 24 小時後淬冷,熱 處理後的試片以碳化矽(SiC)砂紙研磨除去表面氧 化層,研磨到 1200 號,並仔細確認在標記長度內, 試片表面沒有明顯垂直於拉伸方向的刮痕。

#### 2.2抑制性被覆

應用熱水沉積法的抑制性被覆主要分為兩個階段,首先完成試片的預長氧化膜處理,接著再進行熱水沉積的被覆工作。在第一階段工作中,我們將試片置入連接高溫高壓水循環系統的高壓釜中,水溫維持在288℃,水中溶氧量維持在300 ppb,並進行兩週預長氧化膜處理。接著在第二階段將試片放入另一靜態純水高壓釜中進行熱水沉積的被覆處理,處理時高壓釜中水溫維持在150℃,被覆所使用的抑制性試藥分別為ZrO<sub>2</sub>、ZrO(NO<sub>3</sub>)2與TiO<sub>2</sub>, 濃度則分別為10 ppm、10 ppm及1 mM,試片被覆處理時間為14 天。

#### 2.3慢應變速率拉伸實驗

本實驗所使用的試片尺寸如圖 1 所示。實驗時 先將拉伸試片置於 316 不銹鋼材質之高壓釜中,拉 力桿連接於拉伸機台,同時將高壓釜連接水循環系 統。拉伸速率為 1.67×10<sup>-7</sup> s<sup>-1</sup>,水溫維持在 288 ℃, 壓力為 8.3 MPa。此外,在室溫下循環水的導 電度 和流量分別約為 0.1 µS/cm 和 20 mL/min。試片拉 伸時同時以電腦紀錄應力變化並監控維持水中各氣 體的含量。試片拉斷後以掃描式電子顯微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM)觀察其斷面, 並以全像照片估計斷面 IGSCC 百分比。IGSCC 百 分比係指試片斷裂面上之 IGSCC 面積(照片所顯示 之二維面積)除以斷裂面總面積(照片所顯示之二 維面積)再乘以百分之一百而得。本實驗中由於 SSRT 測試後試片斷面上之 IGSCC 區域與非 IGSCC 區域區隔明顯,我們分別由 500 倍與 2000 倍照片逐 區觀察確認,再於較低倍率(70倍)照片上詳細標 繪出整個斷裂面上兩種類型破裂的面積,並據以計 算出 IGSCC 百分比。試片伸長量與最大拉伸應力值 都是必要的數據,可據以研判抑制性被覆對於 304 不銹鋼於高溫注氫純水環境中的腐蝕行為。

#### 2.4電化學腐蝕電位量測實驗

量測 ECP 所使用的 304 不銹鋼試片大小為1 cm ×1 cm × 1 mm,其熱處理及研磨方式與 SSRT 試 片是相同的。實驗前我們從 ECP 試片邊緣點焊不銹 鋼導線,不銹鋼線並以熱縮鐵弗龍套管包覆以達到 絕緣的目的,再將試片置於體積為一公升材質為 316 不銹鋼的高壓釜中,並連接與 SSRT 測試類似 的水循環系統。ECP 量測所使用的參考電極為可耐 溫達 290℃ 的特製銀/氯化銀電極,電解液為飽和氯 化鉀,電極極身部分有冷卻水管予以冷卻,以降低 的溫度梯度造成的量測偏差。

#### 2.5表面分析

在被覆試片的表面分析方面,我們使用歐傑電 子能譜分析(Auger Electron Spectroscopy, AES)對 被覆試片進行表面成分及縱深成分的分佈分析,以 利於解釋抑制性被覆對 304 不銹鋼上 IGSCC 的影響。

## 三.結果與討論

#### 3.1慢應變速率拉伸試驗

在本研究的 SSRT 實驗中有兩種不同的水化學 條件,一為 300 ppb 溶氧與 10 ppb 溶氫,另一為 300 ppb 溶氧與 25 ppb 溶氫。接受實驗的試片包括 未經被覆處理之預氧化膜(Prefilm)試片以及各類 型被覆處理試片(以 IPC-ZrO<sub>2</sub>、IPC-ZrO (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>與 IPC-TiO<sub>2</sub> 表示三種試藥處理後的試片)。

表1 至表3 為各試片於不同水化學環境下之

SSRT 試驗結果比較,其中表 1 之結果來自於 Yeh 等人 四,圖 2 為 300 ppb 溶氧條件下 Prefiilm 試片 斷裂面、IGSCC 區域與試片斷裂側面之 SEM 影像 圖。以下我們謹就抑制性被覆實施與否以及水化學 環境變化等兩方面的影響進行實驗結果分析。

首先就抑制性被覆實施與否的影響進行探討。 由表1至表3中的數據可知,三種經過抑制性被覆 處理試片於相同水化學環境下的機械行為參數(包 括拉伸斷裂時間、最大拉伸應力及伸長量)均相對 高於 Prefilm 試片的數值;針對已實施被覆的試片而 言,三種試藥的對被覆試片機械行為參數的影響並 無明顯差異。在同一水化學條件下,三種經被覆處 理試片的 IGSCC 百分比雖均較 Prefilm 試片的數值 為低,但差異並不明顯。此外,透過 SEM 對試片整 體側面的觀察並比較側面上的二次裂口數量後,我 們發現經過抑制性被覆處理的試片,其裂口數量明 顯較少(如圖3之IPC-ZrO2 試片所示),此現象說 明了被覆對於減緩裂縫起始具有相當程度的助益。

接著分析水化學環境變化對各試片機械行為與 IGSCC 百分比的影響。當水中的溶氫濃度由 0 ppb 分別增加至10 ppb 與25 ppb 時,透過表1 至表3 的 數據我們發現,不管試片有無經過抑制性被覆處 理,其機械行為參數相較於未注氫前有增加的趨 勢,IGSCC 百分比則呈現下降的情形。隨著注氫濃 度的提高,拉伸斷裂時間、最大斷裂應力及伸長量 數據皆上升,而 IGSCC 百分比則進一步下降,顯示 注氧量的提昇增強了 IGSCC 的抑制成效。值得注意 的是,在水中溶氫濃度為 10 ppb 時,我們發現抑制 性被覆試片的機械行為參數依舊高於 Prefilm 試片的 參數,但已不若未加氫時兩者間的差異明顯。而當 水中溶氧濃度達 25 ppb 時,施加抑制性被覆與否對 試片的機械行為參數與 IGSCC 百分比已無明顯影 響。以上結果顯示抑制性被覆的效益隨溶氫濃度的 增加而趨緩。

#### 3.2電化學腐蝕電位量測實驗

在高溫純水環境中(288 ℃, 0.1 μS/cm),

ECP 可以做為判斷遭受拉伸應力作用的 304 不鏽鋼 是否發 IGSCC 的指標。文獻資料顯示 14 , 304 不鏽 鋼的 ECP 若低於-230 mV<sub>ste</sub>,可避免 IGSCC 的生成 或增長,而美國核能管制委員會亦已接受此一數值 為 304 不銹鋼於BWR環境中可能發生 IGSCC 的臨 界電位值。值得注意的是,施加抑制性被覆後不銹 鋼的ECP值並不絕對低於施加前之 ECP,原因在於 抑制性被覆可能同時降低氧化劑還原反應與不銹鋼 氧化反應的交換電流密度,如圖4與圖5所示。圖 4 為抑制性被覆使得氧還原反應的交換電流密度下 降程度高於不銹鋼氧化反應的交換電流密度,導致 ECP 從 E<sub>corr</sub>下降到 E<sub>corr</sub>;圖 5 則為抑制性被覆使得 不銹鋼氧化反應的交換電流密度下降程度高於氧還 原反應的交換電流密度,導致 ECP 從 E \_\_\_\_ 上升到  $\mathbf{E}_{mr}$ 。值得注意的是,不論 ECP 是上升亦或下降, 兩種情況下不銹鋼的腐蝕電流密度均下降。不過, 上述分析究竟何者適用於本研究中所使用的抑制性 被覆,仍須透過電化學實驗來加以佐證。

圖 6 是各試片與純鋯金屬於未加氫水化學環境中的 ECP 量測結果,溶氧濃度介於 100 ppb 至 1000 ppb 之間,Prefilm 試片與抑制性被覆處理試片相較,有相對較高之 ECP 值,三種被覆試片 ECP 值 則無明顯差異。隨著溶氧濃度減少,試片 ECP 值亦 跟著降低。鋯金屬部分的 ECP 值遠低於 -230 mV<sub>sue</sub> 且對於氧濃度的增減並不敏感,推測鋯金屬在進行 ECP 實驗的過程中,表面已生成完整氧化鋯膜,以 致於量測到的 ECP 值明顯偏低,此數值可視為使用 氧化鋯抑制性被覆處理之最低可能值。

當溶氫濃度為 10 ppb 且溶氧濃度分別為 1000 ppb、500 ppb、300 ppb 時,發現各試片之 ECP 值 相對於未注氫時均下降,如圖 7 所示。由於氫氣的 加注,水中整體環境的氧化性變弱,ECP 值因此隨 之下降。當溶氫濃度增加至 25 ppb 後,各試片之 ECP 值進一步下降,如圖8所示。此時,Prefilm 試 片與被覆試片的 ECP 值相差約 100 mV<sub>sue</sub>。在溶氫 濃度達 50 ppb 時,所有被覆處理試片的ECP值均降 至 -230 mV<sub>sue</sub> 以下,如圖 9 所示。在此溶氫濃度但 溶氧濃度高於300 ppb 時, Prefilm 試片的 ECP 值均高於此一臨界電位值。

綜觀上述,抑制性被覆透過對氧化劑還原反應 相對較強的抑制效果,可以降低受處理試片的 ECP 值,而氫氧莫爾比的增加也有降低試片 ECP 值的效 果,兩者一併使用有加成的效果,對抑制 IGSCC 的 發生有相當的成效。

#### 3.3 AES表面分析

為了分析抑制性被覆試藥於試片表面的分佈情 形,我們使用了 AES 表面 x-光元素分佈圖 (X-ray Mapping)與縱深成分分析。經由圖 10 的 x-光元素 分佈圖可觀察到 Zr 或 Ti 的訊號亮點不均匀地分佈 在試片表面,推斷熱水沉積處理並非於試片表面形 成一連續完整的被覆膜。圖上各訊號亮點的明暗程 度不同,較亮的表示該點 Zr 或 Ti 元素聚集較集 中,較暗的表示該點Zr 或Ti 元素聚集較稀疏。

圖 11 為三種不同被覆試片表面之 AES 縱深分 析,其中 Zr 或 Ti 元素訊號的收集並不明顯,推測 原因為 Zr 或 Ti 元素並非均匀被覆在試片表面上, 且含量很少,以致所得到 Auger 電子訊號強度很 低。再者,Zr 訊號峰的能量低,因此受到背景雜訊 影響較大,故不易鑑別出縱深分佈情形。不過,從 氧元素訊號強度相對於濺射時間的變化,可觀察出 其氧化層厚度是相同的。

### 四.結論

根據上述的實驗所得結果,提出以下 幾項結論:

- SSRT 的結果顯示,304 不銹鋼試片經過抑制性被 覆處理後,出現較長的拉伸斷裂時間、較大的最 大斷裂應力值、較大的伸長量與數量較少的二次 裂口,顯示其對 IGSCC 起始的抑制有正面成 效。
- 2. 依據 ECP 的量測結果,經過抑制性被覆處理試片

的 ECP 值均低於 Prefilm 試片的值,顯示抑制性 被覆對於氧化劑還原反應速率的抑制有明顯的效 果。此外,抑制性被覆處理搭配水中注氫,可使 不銹鋼的 ECP 值進一步下降;但在高溶氫濃度 (50 ppb)時,注氫對於降低 ECP 的助益會超越 抑制性被覆處理的效益。

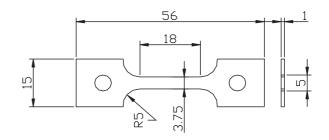
- 從表面分析結果顯示,利用熱水沉積法施加的抑 制性被覆無法於試片表面上形成一連續而完整的 覆膜。
- 初步的定性實驗已證實抑制性被覆確實有可能抑 制 IGSCC 的發生,至於其對 IGSCC 成長的抑制 程度,另須透過具備量化特性的裂縫成長測試加 以釐清。

# 五.參考文獻

- M. Shindo et al., Journal of Nuclear Materials, Vol. 233, p. 1393-1396 (1996).
- M. A. Al-Anezi, G. S. Frankel and A. K. Agrawal, Corrosion, Vol. 55. No. 11, p. 1101-1109.
- R. L. Cowan, Nuclear Engineering International, January 1986, p. 26.
- M. E. Indig, Proc. 4th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, NACE, Jekyll Island, GA., Aug. 6-10, 1989, p. 4-411.
- 5. L. W. Niedrach, Corrosion, Vol. 47, p.162 (1991).
- Y. J. Kim, L. W. Niedrach, M. E. Indig, and P. L. Andresen, Journal of Metals, Vol. 44, No. 2, p. 14 (1992).
- T. K. Yeh and D. D. Macdonald, Proc. 7th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, NACE, Breckenridge, Colorado, Aug. 6-10, 1995, p. 909.
- 8. Y. J. Kim and P. L. Andresen, CORROSION/96,

NACE, Denver, Colorado, Mar. 24-29,1996, Paper Number 105.

- X. Zhou, I. Balachov, I. Balachov, and D. D. Macdonald, Corrosion Science, Vol. 40, p. 1349 (1998).
- B. Stellwag and R. Kilian, Proceedings of the Conference on Water Chemistry of Nuclear Reactor Systems 8, BNES, Bournemouth, p. 127 (2000).
- T. K. Yeh, M. Y. Lee, and C. H. Tsai, Journal of Nuclear Science and Technology, v. 39, p. 531 (2002).



- 圖1. SSRT 試片尺寸(單位:mm )
- Fig. 1. Dimension of the SSRT specimen (unit:mm).

表1. 300 ppb 溶氧條件下的 SSRT 測試結果 Table 1. SSRT test results at 300 ppb dissolved oxygen.

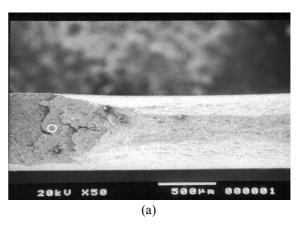
試片種類	斷裂時間	伸長率	IGSCC
武力性短	(hr)	(%)	(%)
Prefilm	220	7.55	52
IPC-ZrO <sub>2</sub>	320	10.97	40
IPC- ZrO(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	295	10.11	48
IPC-TiO <sub>2</sub>	308	10.56	42

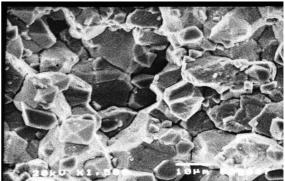
- 表2. 300 ppb 溶氧與 10 ppb 溶氫條件下的 SSRT 測試結果
- Table 2. SSRT test results at 300 ppb dissolved oxygenand 10 ppb dissolved hydrogen.

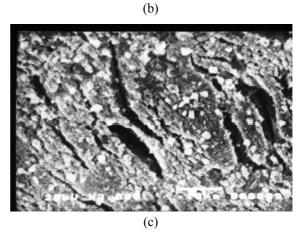
試片種類	斷裂 時間 (hr)	最大 拉伸 (MPa)	伸長 率 (%)	IGSCC (%)
Prefilm	280	155	9.65	40
IPC-ZrO <sub>2</sub>	335	180	11.55	32
IPC- ZrO(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	315	165	10.91	30
IPC-TiO <sub>2</sub>	322	172	11.11	34

- 表3. 300 ppb 溶氧與 25 ppb 溶氫條件下的 SSRT 測試結果
- Table 3. SSRT test results at 300 ppb dissolved oxygenand 25 ppb dissolved hydrogen.

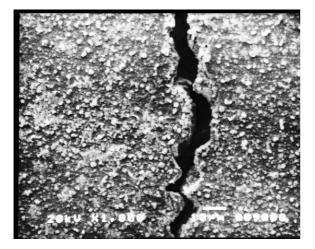
試片種類	斷裂時 間 (hr)	最大拉伸 應力 (MPa)	伸長率 (%)	IGSCC (%)
Prefilm	320	175	11.15	29
IPC-ZrO <sub>2</sub>	341	180	11.77	23
IPC- ZrO(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	339	180	11.79	21
IPC-TiO <sub>2</sub>	345	186	11.92	18



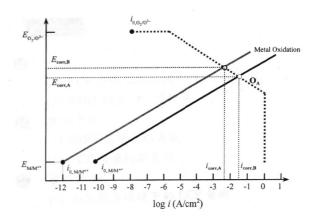




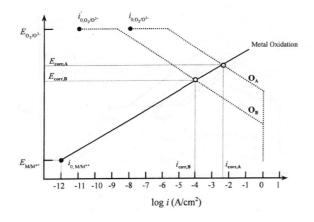
- 圖2. 300 ppb 溶氧條件之 SSRT 測試後, Prefilm試 片的 (a) 斷裂面影像、(b) IGSCC 影像、以及
  (c) 側面的二次裂口影像。(a) 圖中白色圓圈
  的標記範圍為(b) 圖 IGSCC 所選取之位置。
- Fig. 2. Surface examinations by SEM after SSRT tests at 300 ppb dissolved oxygen. (a) Fractured surface (b) IGSCC (c) Secondary cracks on lateral surface. The IGSCC area shown in (b) is the circled region in (a).



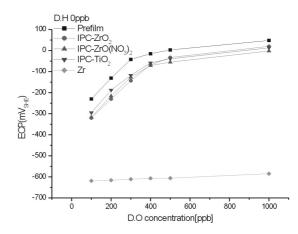
- 圖3. 300 ppb 溶氧條件之 SSRT 測試後, IPC-ZrO, 試片側面的二次裂口影像。
- Fig. 3. Secondary cracks on lateral surface of the IPC-ZrO, specimen at 300 ppb dissolved oxygen.



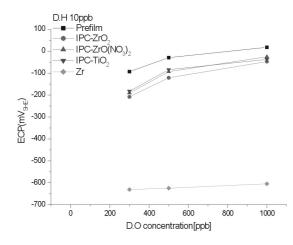
- 圖5. 伊凡斯圖(Evans Diagram)顯示抑制性被 覆降低金屬氧化反應速率而導致 ECP下 降 的情形。
- Fig. 5. Evans Diagram showing a decreased metal oxidation rate which leads to an ECP decrease.



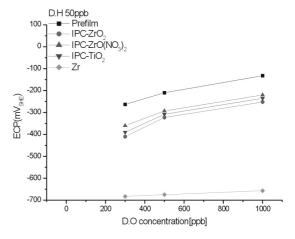
- 圖4. 伊凡斯圖(Evans Diagram)顯示抑制性被 覆降低氧化劑還原反應速率而導致 ECP 下 降的情形。
- Fig. 4. Evans Diagram showing a decreased redox reaction rate which leads to an ECP decrease.



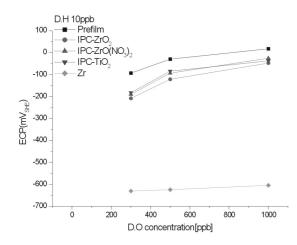
- 圖6. Prefilm 試片、抑制性被覆處理試片和鋯金 屬於未注氫環境下,ECP 隨溶氧濃度變化 的情形。
- Fig. 6. ECPs of the prefilmed, IPC treated and pure Zr specimens as a function of dissolved oxygen concentration.



- 圖7. Prefilm 試片、抑制性被覆處理試片和鋯金 屬於 10 ppb 溶氫環境下,ECP 隨溶氧濃度 變化的情形。
- Fig. 7. ECPs of the prefilmed, IPC treated andpure Zr specimens as a function of dissolved oxygen concentration with 10 ppb dissolved hydrogen.



- 圖9. Prefilm 試片、抑制性被覆處理試片和鋯金 屬於 50 ppb 溶氫環境下,ECP 隨溶氧濃度 變化的情形。
- Fig. 9. ECPs of the prefilmed, IPC treated and pure Zr specimens as a function of dissolved oxygen concentration with 50 ppb dissolved hydrogen.



- 圖8. Prefilm 試片、抑制性被覆處理試片和鋯金 屬於 25 ppb 溶氫環境下,ECP 隨溶氧濃度 變化的情形。
- Fig. 8. ECPs of the prefilmed, IPC treated and pure Zr specimens as a function of dissolved oxygen concentration with 25 ppb dissolved hydrogen.

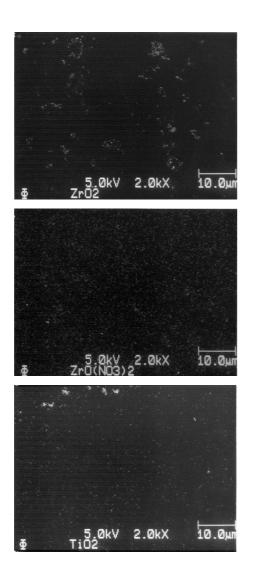


圖10. 被覆試片表面的 AES X-ray Mapping 影像

Fig. 10. Spectroscopic image by AES X-ray Mapping at the surface of an IPC treated specimens.

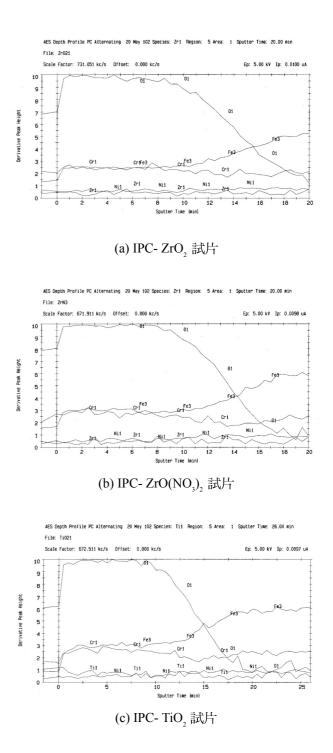


圖11. 被覆試片表面的 AES 縱深分析圖

Fig. 11. Depth profile by AES for at the surface of an IPC treated specimens.