

Type 403 스테인레스강의 응력 부식 과정에서의 electrochemical noise 측정 연구

김 종 집

대전광역시 유성구 도룡동 1, 한국 표준과학 연구원

Measurements of electrochemical noise during stress corrosion of type 403 stainless steel

Jong Jip Kim

Korea Research Institute of Standards and Science
P.O. Box 102, Yusong, Taejeon, 305-600, Korea

Electrochemical noise was measured during slow strain rate tests in chloride containing solutions for type 403 stainless steel tempered at 390, 520 and 610 °C for 2 hrs. Test solutions include 3.5% NaCl, acidified 3.5% NaCl and 3.5% NaCl + 1×10^{-4} M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Electrochemical noise associated with microcrack initiation and propagation was observed only for the specimen showing temper embrittlement in 3.5% NaCl solution. On the other hand, macrocrack initiation and growth were detected for specimens tested in 3.5% NaCl + 1×10^{-4} M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solutions. EN data obtained for the tests in acidified 3.5% NaCl, however, comprised those indicative of film growth and hydrogen bubble evolution with no characteristic noise from crack initiation and growth. Of the parameters evaluated, standard deviation, impedance and admittance were found to be appropriate for detecting crack initiation and growth.

Keywords : electrochemical noise, slow strain rate test, crack initiation and growth, anodic dissolution, hydrogen embrittlement.

1. 서 론

재료의 응력 부식 시험에서의 주요 측정 인자는 time to failure이다. 그러나 최근에 와서는 부식이 진행 중인 합금 및 재료로부터 나오는 전위 및 전류의 요동(fluctuation)인 electrochemical noise (EN)가 응력 부식을 이해하는 하나의 정보원(information source)로 인정되어, time to failure 측정을 보완하는, 즉 응력 부식시험의 정량화, 균열

생성 및 성장 시점에 대한 탐지의 tool로서 연구되고 있다.¹⁾

EN의 source는 부식 환경 또는 조건에 따라 달라지며, 응력 부식 균열의 성장과 고상 입자에 의한 침식, 마모 과정에서는 mechanical effect이고, pit 생성 과정에서 일어나는 피막의 파괴 및 재생시에는 부동태 피막에의 chloride의 부착과 같은 chemical effect의 결과이며, 산성 수용액에 의한 부식에 있어서는 active dissolution 중에 나타나는

hydrogen bubble의 성장 및 방출에 의한 것¹⁾으로 알려져 있다.

EN은 일부의 재료-환경 시스템에서는 부식 속도 또는 저항의 측정, 공식, 틈 부식, 응력 부식의 측정 연구 및 진단에 사용되어 성공적인 결과를 얻을 수 있었으나, 아직은 측정 결과의 정확한 해석 및 응용에는 개선해야 할 점이 많다. 특히 응력 부식 시험에 EN의 활용 기술은 확립된 것이 아니며, 일부의 재료-부식 시스템에서는 EN의 측정에 의하여 균열의 생성 및 성장 시작 시점이 탐지되었으나, 다른 재료-부식 시스템에서는 이를 특징짓는 signal이 탐지되지 못했다는 연구 결과가 보고²⁻⁶⁾된 바 있다. 본 연구에서는 이 점을 감안하여, 403 스테인레스강을 대상으로 하여 slow strain rate test(S.S.R.T.) 도중에 EN의 측정을 통하여, 응력 부식 균열의 생성 및 성장 시점의 탐지, 응력 부식 기구가 EN에 미치는 영향과 이미 제안된 EN의 분석 parameter들의 활용 가능성 및 적합성을 조사하였다.

2. 실험 및 data 분석 방법

본 연구에서 응력 부식 시험에 사용한 재료의 화학 조성(w.t. %)은 0.12 C, 0.24 Si, 0.58 Mn, 0.030 P, 0.014 S, 12.27 Cr 그리고 잔량이 Fe인 type 403 스테인레스강이며, 시편은 판재를 1000 °C에서 90분간 오스테나이트화 처리하여 공냉한 후에 390, 520 및 610 °C에서 2시간 동안 템퍼링(tempering)하여 제작한 인장 시편이다. 인장 시편은 gage 부분의 직경이 4 mm이고, 길이가 40 mm인 원주형이며, 최종적으로 3 μ m diamond paste로 polishing하여 사용하였다.

응력부식 시험은 상온에서 slow strain rate tester를 사용하여, 변형 속도가 5×10^{-7} /sec인 조건(constant strain rate)에서 실시하였으며, 시험 용액은 3.5% NaCl, HCl을 첨가하여 산성화시킨 pH가 2인 3.5% NaCl과 3.5% NaCl + 1×10^{-4} M Na₂S₂O₃ 수용액이며, 모든 실험에서 하중-변위 곡선과 EN을 동시에 측정하였는데, 응력 부식-EN 측정시스템의 개략도는 Fig. 1과 같다.

본 연구에 사용한 EN 측정 장비 및 software는 Gamry Instrument의 PC 4 potentiostat 및 ESA

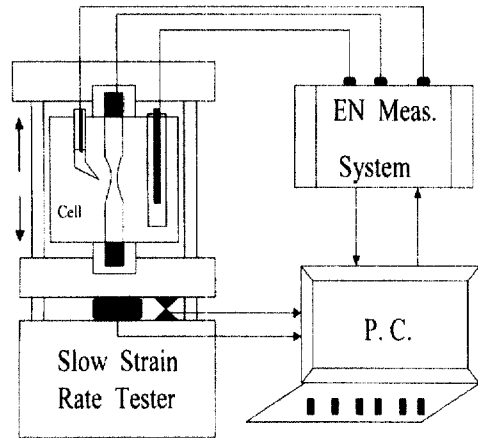


Fig. 1. Experimental setup for EN measurement and S.S.R.T.

400 software이며, EN의 측정은 상온에서 외부 전위 또는 전류의 인가 없이 자연 부식 조건하에서 실시하였다. 이 때에 사용한 분극용 cell은 시편 전극(인장시편), 인장시편과 동일한 소재 및 열처리를 거친 보조전극, 그리고 포화 calomel 전극을 사용하는 3전극 방식이며, EN data는 10Hz에서 전류와 전위를 동시에 측정하였다.

Data의 분석은 time domain의 data를 변환 없이 사용하는 statistical analysis 방법(즉 전류 및 전위의 mean value, standard deviation등의 low order statistical parameter와 skewness 및 kurtosis 등의 high order statistical parameter 활용)과 time domain의 data를 변환시켜 frequency domain에서 분석하는 MEM(maximum entropy method) 방법들⁷⁾을 모두 사용하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

Type 403 스테인레스강의 기계적 성질은 템퍼링 조건에 의해서 크게 달라진다(표 1 참조). 390, 520 및 610 °C 3가지의 템퍼링 조건에서는 템퍼링 온도를 증가시킴에 따라, 경도 및 인장 강도는 520 °C 템퍼링 조건에서 정점에 도달한 후에 감소하나, 항복 강도는 계속적으로 감소한다. 특히 520 °C 템퍼링 조건에서는 2차 경화(secondary hardening)가 일어나며, 동시에 충격치가 아주 낮은 temper

Table 1. Mechanical properties of AISI 403 stainless steel

Tempering temperature (°C)	Hardness (HRC)	CVN impact energy (kgf · m)	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)
390	39.7	9.1	1009	1264
520	40.4	2.4	909	1317
610	23.5	3.4	745	870

Table 2. SCC test results of type 403 stainless steel

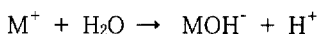
Tempering temperature (°C)	Air	3.5% NaCl	3.5% NaCl (acid.)	3.5% NaCl+ 1×10^{-4} M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
390	1	0.964	0.417	0.985
520	1	0.215	0.248	0.217
610	1	0.976	0.684	0.683

embrittlement를 나타낸다. 이러한 현상은 템퍼링 과정에서 carbide의 생성 및 성장에 의해 carbide의 주위에 Cr이 결핍(depletion)되어서 나타나며, 610 °C에서는 금속 원자의 확산이 활발하게 일어나서 Cr이 보충되므로 충격치는 다시 증가하게 된다.

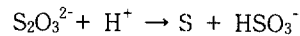
3.1 저속 인장 시험 결과

저속 인장에 의한 응력 부식 시험 결과인 각 부식 용액과 대기 중에서의 fracture strain의 비(ratio)는 표 2와 같다.

응력 부식의 발생 유무의 기준값을 이 비가 0.8 이하⁸⁾인 경우로 가정하여 시험 결과를 분석하여 보면, 3.5% NaCl 수용액에서는 390 및 610 °C에서 템퍼링한 시편들에서는 응력 부식이 발생하지 않으나, 520 °C에서 템퍼링한 시편에서는 이 시험 용액에서 응력 부식이 발생하였다. NaCl 수용액에서의 martensite계 강의 응력 부식의 기구는 hydrogen embrittlement(HE)에 의한 것으로 설명되고 있으며, 특히 자연 부식 전위에서의 HE는 anodic dissolution에 의한 부식 생성물인 금속(M) 이온이 다음의 식에 의해서 반응하여 수소 이온이 생성/흡착된 후에 환원되어 원자 상태로 금속 내부로 확산 또는 dislocation에 의해 이송되어 일어난다.



3.5% NaCl을 산성화시킨 용액에서는 3 종류의 시편에서 공히 대기 중에서 시험한 시편에 비해 fracture strain이 대폭 줄어들어 응력 부식이 발생하였다. 그러나 3.5% NaCl에 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 를 첨가한 수용액에서는 390 °C에서 템퍼링한 시편에서는 응력 부식이 발생하지 않았으며, 520 °C 및 610 °C에서 템퍼링한 시편에서만 응력 부식이 발생하였다. Thiosulfate 이온이 응력 부식을 발생시키는 주요 원인은 이 이온의 불안정성에 의한 것이며, 다음과 같은 식에 의해서 elemental S가 생성되며 재료의 표면에 흡착(adsorb)되어 용해를 촉진시키거나 보호 피막의 생성을 방해하는 것으로 알려져 있다.



3.2 EN 측정 결과

3.2.1 3.5% NaCl 수용액에서의 EN 측정 결과

대기 중에 비해 이 용액에서 Fracture strain의 감소량이 적었던 390 °C와 690 °C에서 템퍼링한 시편들로 부터 획득한 EN의 측정 결과는 유사하였다. Fig. 2는 390 °C에서 템퍼링한 시편에서의 결과이며, 이 그림에서 보는 바와 같이, E(potential) 및 I(current)의 변화는 시간이 경과함에 따라, 초기에는 I가 증가하는 반면, E는 대체로 감소하는 경향을 보이다가, 이후 I가 감소하고 E는 증가한 후에 fluctuation이 계속되는 경향을 나타내었다. 결과적으로 시편의 파단 직전에 예상되는 macro-crack의 성장에 의한 E의 지속적인 감소 그리고 이와 동시에 I가 지속적으로 증가하는 경향²⁾은 관찰되지 않고 있다. 이 시편들에서는 시험 시작 직후를 제외하고는 I가 모두 +값을 나타내어 주로 anodic dissolution이 일어났음을 알 수 있다.

좀 더 상세히 분석해 보면, I의 transient의 형태는 응력을 가하지 않고 동일한 조건에서 시험한 경우에서와 같이 slow rise-fast fall의 형태이며, E의 transient는 I의 transient의 정점에서 최소를 이룬 후 서서히 증가하는(Fig. 3) 전형적인 unstable pitting 발생시에 나타나는 형태이다. 따라서 390 °C와 690 °C에서 템퍼링한 시편들에서는 unstable pitting과 anodic dissolution이 주로 일어났음을 알

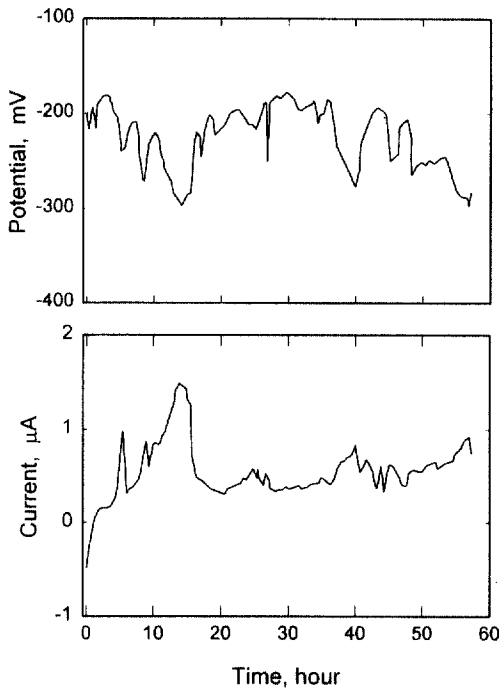


Fig. 2. Potential and current fluctuations recorded during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution for the specimens tempered at 390 °C.

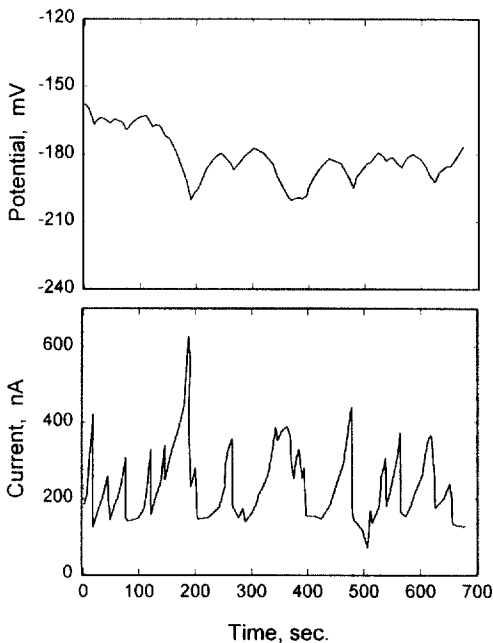


Fig. 3. Typical potential and current transients observed during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution for the specimens tempered at 390 °C.

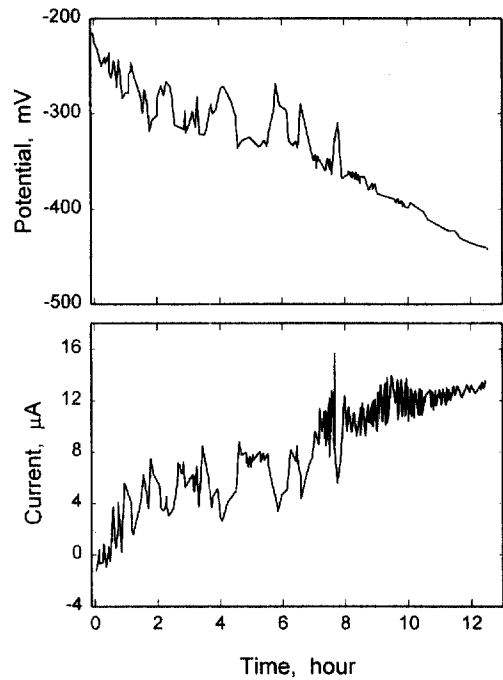


Fig. 4. Potential and current fluctuations recorded during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution for the specimens tempered at 520 °C.

수 있다.

그러나 이 용액에서 fracture strain의 감소가 컸던 520 °C에서 템퍼링한 시편들에서는 위의 2 시편들에서와는 상이한 결과를 얻었다. 이 시편에서의 E 및 I의 시간에 따른 변화는 전체적으로 시간이 경과함에 따라, E는 감소하고, I(최대 16 μ A)는 증가하였고, 시험 초기를 제외하고는 I의 평균값이 + 이므로(Fig. 4 참조) 수소 취화가 응력 부식의 주요 기구로 보고^{10,11)}된 이 시편의 EN에서도 anodic dissolution의 특징이 나타나고 있으며, 시편의 파단 직전에는 I의 증가와 동시에 E의 감소가 지속적으로 나타나고 있다.

좀 더 상세히 분석해보면, 이 시편에서는 대략 4.5 시간 경과 후부터 I는 fast rise(0.5 sec)-slow fall(4.5 sec) 형태의 sharp한 transient가 E의 경우는 fast fall-slow rise 형태의 transient가 나타났다. 이러한 transient들은 처음 나타나기 시작한 후부터 약 1시간 경과 후까지 지속적으로 관찰되었는데, 이 시간 구간에서의 시편에 부하된 응력은 항복 강도에는 훨씬 미치지 못하므로, 이러한 transient들은

이미 보고⁴⁾된 바와 같이, 균열의 생성 및 성장과는 직접적인 관계가 없는, 시험 전에 시편 표면에 생성되어있던 얇은 피막의 파열에 의한 것으로 판단된다.

이후 sharp한 transient들은 수 시간 동안 관찰되지 않다가, 대략 7.0시간 경과 후에 다시 나타났다. 출현 빈도 수는 대폭 줄었으나 current peak의 크기는 증가하여 2-5 μA 이었으며, 이러한 transient들은 6-7분 주기의 \wedge 자 형태의 transient(peak height: 2-3 μA)들과 함께 반복적으로 관찰되었으며, 이와 상응하는 E의 요동(V자 형태)도 관찰되었다(Fig. 5 참조). 이러한 peak들의 출현 빈도는 이 이후 증가하였으며, 대략 9.0 시간 이후까지 지속적으로 나타났다. 이러한 \wedge 자 형태와 함께 나타나는 I의 sharp한 transient는 응력을 부하하지 않고 시험한 시편에서도 관찰되었으나, stable한 pitting이 일어나지 않은 0.5% NaCl 수용액에서 시험한 시편에서는 관찰되지 않았다. 따라서 이러한 형태의 transient들은 균열의 생성 또는 성장에 의한 것이 아니라 stable한 pitting의 생성 및 성장에 의한 것으로 판단된다.

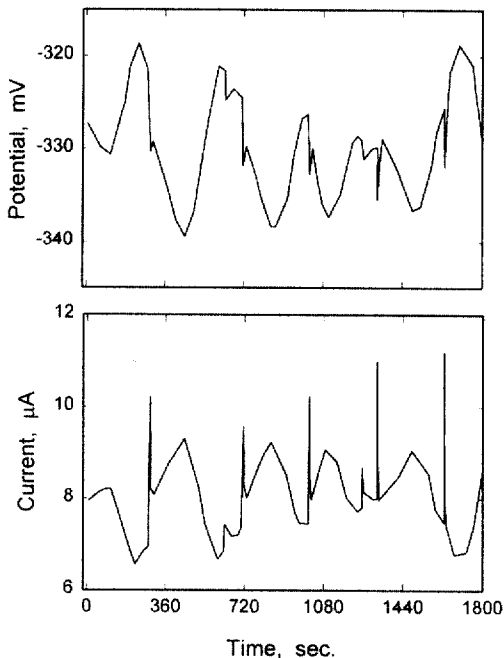


Fig. 5. Typical potential and current transients related to the pit formation during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution for the specimens tempered at 520 °C.

시험 시작 후 대략 9.5 시간부터는 sharp한 I 및 E의 transient들이 반복적으로 관찰되었으며(Fig. 6 참조), 시편이 파단될 때까지 지속적으로 나타났다. 이러한 transient들의 출현 빈도 및 크기는 시간이 경과함에 따라 대폭으로 증가하다가 시편의 파단 직전에는 감소하였다. 이러한 경향은 transient의 출현 빈도 및 크기가 시간이 경과해도 변화하지 않는 stable pitting경우와는 다르며, 아울러 MEM transform한 후에 frequency domain에서의 I의 slope도 stable pitting 생성기에는 -2.0이었으나 이 시기에는 -1.7로 차이가 있었다(Fig. 7 참조). 따라서 이 형태의 transient들은 균열의 생성 및 성장과 관련이 있는 것으로 판단된다. 또한 이러한 Transient의 출현 빈도가 증가하다가 감소하는 것은 load가 증가함에 따라 micro-crack의 발생 및 성장의 빈도가 증가하다가, 시편의 파단 직전에는 앞의 Fig. 4에서 보는 바와 같은 지속적인 I의 증가 및 E의 감소가 나타나, macro-crack의 생성 및 성장이 일어나기 때문인 것으로 생각된다. 따라서 이 시편의 EN의 측정 결과에서만 microcrack 및 macrocrack

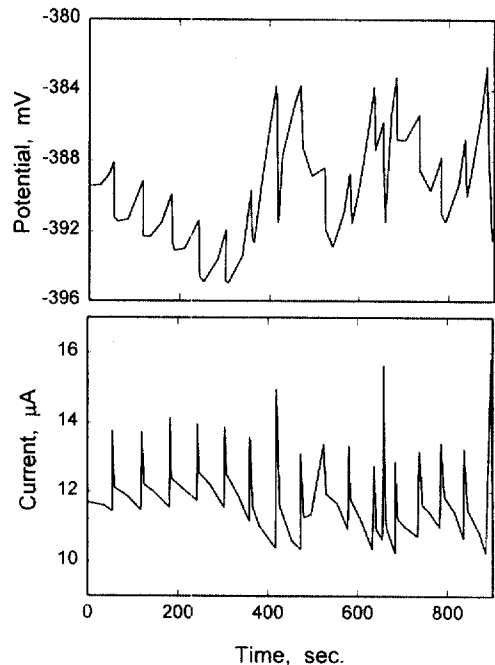


Fig. 6. Typical potential and current transients related to the micro-crack initiation during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution for the specimens tempered at 520 °C.

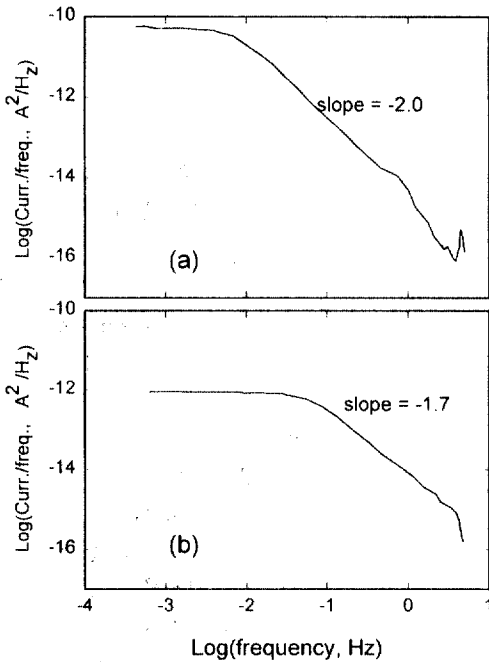


Fig. 7. MEM current spectra of stable pitting(a) and micro-crack initiation(b) during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution for the specimens tempered at 520 °C.

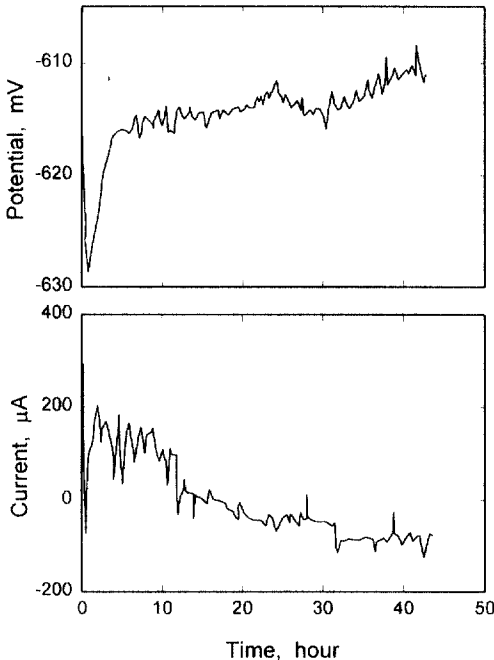


Fig. 8. Potential and current fluctuations recorded during S.S.R.T. in 3.5% NaCl(acidified) solution for the specimens tempered at 610 °C.

의 생성 및 성장을 나타내는 특징이 모두 나타나고 있으며, 이 시편이 temper embrittlement을 나타내는 시편이므로, 오스테나이트계 강에서 보고²⁾된 바와 같이 microcrack의 발생은 취화 또는 예민화된 입계에서 일어나는 것으로 생각된다.

3.2.2 3.5% NaCl(+HCl) 수용액에서의 EN 측정 결과

3.5% NaCl 수용액을 산성화시킨 수용액에서는 앞에서 언급한 바와 같이 3 종류의 시편에서 모두 fracture strain의 감소가 크게 나타났으며, EN의 측정 결과도 3 종류 시편에서 유사하였다. 시험 초기를 제외하고는 E는 시험 직후에는 감소하다가, 시험 종료시 까지 지속적으로 증가한(Fig. 8 참조) 반면에, I는 다른 용액에서 보다 크게 증가한 100-200 μA 수준에서 시작하여 시간이 경과함에 따라 서서히 감소하는 경향을 보이다가, 시험 후기에는 평균값이 -값을 나타내었다. 이렇게 E의 증가 및 I의 감소가 나타나는 것은 이 수용액에서의 시험에서만 관찰되었던 시편의 표면에 생성된 두꺼운 흑색 피막의 생성에 기인하거나, 또는 앞의 시험 용액에서의 시험 결과와는 달리 부식의 진행이 anodic dissolution에 의한 것이 아닌 다른 mechanism에 의한 것임을 암시하고 있다.

3 종의 시편에서 공허 시험 초기에서부터 관찰되는 transient의 형태는 주로 I와 E가 모두 양의 방향으로 증가한 후에 감소하는 fast rise-slow fall의 형태를 취하고 있어서(Fig. 9(a) 참조), 일부 재료의 응력 부식에서 관찰된 빠른 증가 후에 서서히 감소하는 형태의 I의 transient와 빠르게 감소한 후에 서서히 증가하는 형태의 E의 transient가 동시에 관찰되는 것과는 상이하다. 일반적으로 E와 I가 동시에 양의 방향으로 지향한 transient가 생기는 것은 시편의 표면에 발생, 부착되어 있던 hydrogen bubble의 evolution에 의한 것으로 해석되며, 본 시험 조건에서도 많은 bubble이 시편 표면에 부착/제거되는 것을 관찰할 수 있었다.

이러한 유형의 transient 외에 이들보다 출현 빈도는 낮았으나, 다수 관찰된 유형은 동시에 나타나는 fast fall-slow rise 형태의 I의 transient와 fast rise-slow fall 형태의 E의 transient(Fig. 9(b) 참

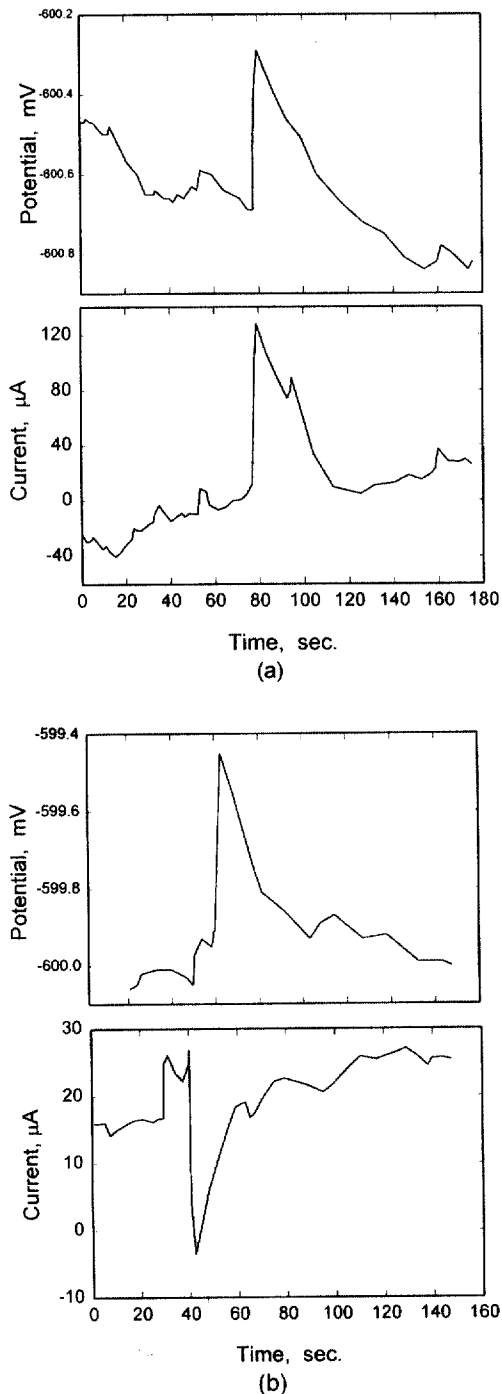


Fig. 9. Typical potential and current transients observed during S.S.R.T. in 3.5% NaCl(acidified) solution for the specimens tempered at 390 °C: (a) positive going E/positive going I transients, (b) positive going E/negative going I transients.

조)이다. 이러한 음(-)의 방향으로 지향한 I의 transient는 균열 성장에 의해서 균열 근처(base of the crack)에 새로 생성된 금속 표면에 흡착된 H_2O 가 원자 상태의 수소로 빠르게 전환되는 것에 의한 것이며, 새로 생성된 금속 표면은 촉매 역할을 하는 것으로, 그리고 빠른 음극 반응은 균열의 외부에 존재하는 피막이나 electro-chemical double layer로부터 제거되는 전자들을 소비하는 것으로 보고¹⁾된 바 있다. 그러나 본 연구에서는 응력을 가하지 않고 동일한 조건에서 시험한 시편에서도 이와 동일한 유형의 transient가 관찰되어, 이와 같은 해석을 이 수용액에서 관찰된 EN의 해석에 적용하는 것은 문제가 있는 것으로 생각된다. 따라서 이러한 해석보다는 E가 빠르게 증가한 후에 서서히 감소하는 것과 동시에 I가 빠르게 감소한 후에 서서히 증가하는 것은, 각각 피막이 빠르게 생성된 후에 서서히 dissolution되는 과정으로 해석하는 것이 더 타당한 것으로 생각된다.

결과적으로 수소 취화에 의해 응력 부식이 심하게 일어났던 이 시험 용액에서 시험한 시편들에서는 템퍼링 조건에 관계없이 I 및 E의 전체적인 변화 경향에서는 주로 피막 생성에 의한 결과가, I 및 E의 transient에서는 다수의 hydrogen bubble 생성에 의한 효과가 관찰되고 있으며, 균열의 생성 및 성장에 관련된 뚜렷한 특징은 관찰되지 않고 있다.

3.2.3 3.5% NaCl (+ 1×10^{-4} M $Na_2S_2O_3$) 수용액에서의 EN 측정 결과

이 용액에서의 fracture strain의 감소가 작았던 390 °C에서 템퍼링한 시편에서는 3.5% NaCl 수용액에의 결과와 유사하게 I의 평균값이 +로 anodic dissolution의 효과가 나타났으며, 단지 이 용액에서는 base line current의 크기가 더 커졌다는 점이 차이가 있었다.

이 용액에서의 fracture strain의 감소가 크게 나타났던 520 및 610 °C에서 템퍼링한 시편들에서도 390 °C에서 템퍼링한 시편에서와 유사하게 거의 대부분의 영역에서 양의 I의 값이 측정되었으나, 큰 차이점은 이 시편들에서 stable pitting이 다수 관찰되었다는 점이다.

520 °C에서 템퍼링한 시편에서는 시편이 파단되

기 3시간 전부터, 610 °C에서 템퍼링한 시편에는 시험 시작 후 대략 23 시간 경과한 이후부터는 I의 값이 급격히 증가하고 E의 값이 급격히 감소하였는데(Fig. 10 참조), 이 시점에서부터 I의 transient는 slow rise/fast fall 형태에서 rise 및 fall time이 비슷하나 크게 길어진 형태로 바뀌어 stable한 pitting의 생성/성장이 일어나 수 시간 동안 지속되었으며, 이후 rise 및 fall time이 비슷하나 아주 짧은 형태로 바뀌고, I의 지속적인 증가가 관찰되어 macro-crack의 전파가 일어났음을 알 수 있었다.

3.2.4 여타 parameter에 의한 EN 분석 결과

EN 측정 결과의 분석에는 전술한 바와 같이 시간에 따른 I 및 E의 변화 및 세부적인 transient의 분석과 mean value, standard deviation 등의 low order statistical parameter, noise resistance 또는 impedance, degree of localization(DoL), 그리고 high order parameter인 kurtosis와 skewness등을 분석하는 방법이 있다.

본 연구에서도 standard deviation, impedance, DoL, kurtosis 및 skewness등을 분석하였는데, DoL, Kurtosis 및 Skewness 등은 균열 생성 및 성장 시간 구간에서 뚜렷한 변화가 나타나지 않아서, micro crack이나 macro crack의 생성 및 성장의 탐지에는 적절한 parameter가 되지 못하였다. 이것은 403 stainless steel이 시험 용액에서 시험 초기부터 pitting이 다수 발생하여, 대부분의 시험 구간 또는 영역에서 이들 parameter들이 localized corrosion의 발생을 나타내는 범위 내에 위치하였기 때문으로 생각된다.

따라서 주로 I와 E의 standard deviation과 impedance 또는 admittance 변화를 분석하였는데, Fig. 11과 같이 anodic dissolution과 HE가 동시에 일어난 것으로 판단되는 520°C에서 템퍼링한 시편(시험 용액: 3.5% NaCl 수용액)에서는 pitting 및 응력 부식이 주로 발생한 구간에서 I 및 E의 standard deviation의 값이 다른 시간 영역에 비해 높게 나타났다. 그러나, 이 parameter도 HE가 주로 일어나는 시편(시험 용액: 산성화시킨 3.5% NaCl) 들에서는 시험 전 구간에서 큰 변화나 차이가 나타나지 않았다. 반면에 anodic dissolution이 주도적으

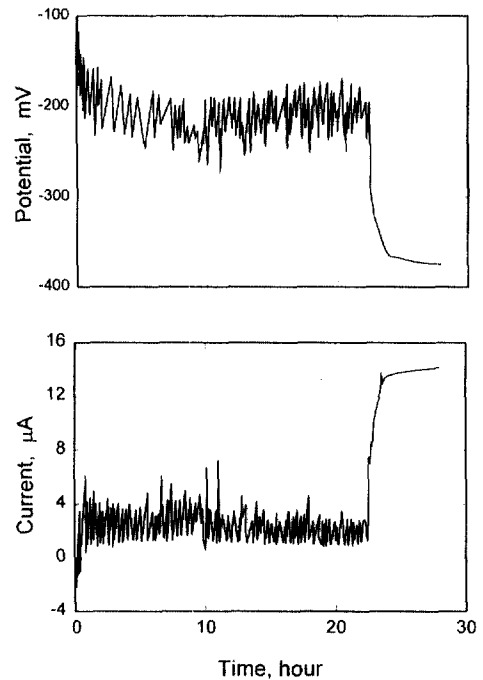


Fig. 10. Potential and current fluctuations recorded during S.S.R.T. in 3.5% NaCl + 1×10^{-4} M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution for the specimens tempered at 610 °C.

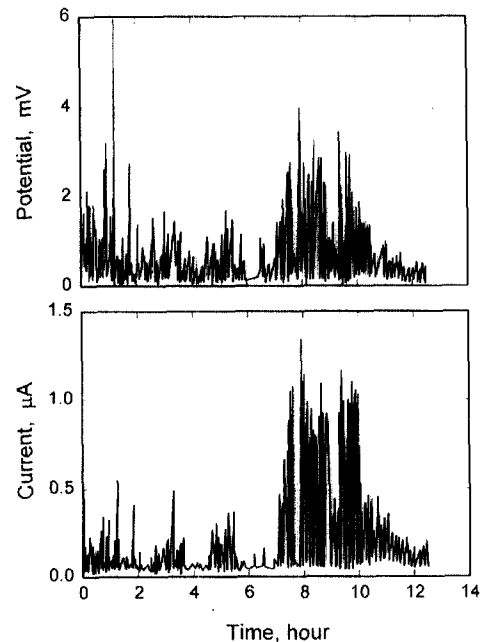


Fig. 11. Standard deviation vs time plot obtained during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution for the specimens tempered at 520 °C.

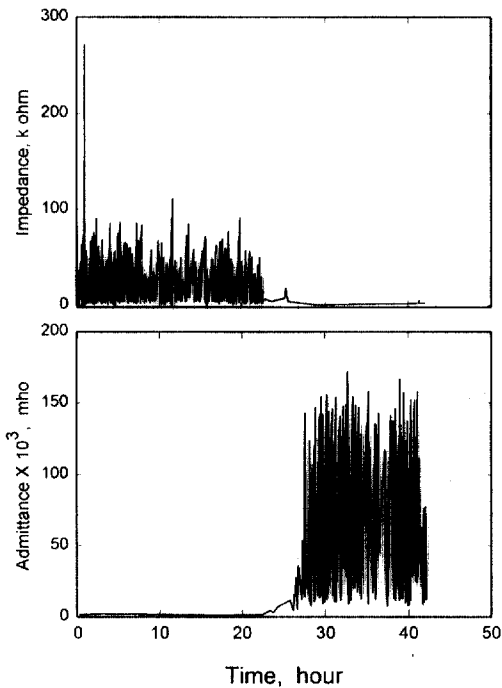


Fig. 12. Typical impedance/admittance vs time plot obtained during S.S.R.T. in 3.5% NaCl solution containing sodium thiosulfate.

로 일어난 시편들(시험 용액: thiosulfate 포함 3.5% NaCl 수용액)에서는 위에서는 대조적으로, macro-crack의 성장이 예상되는 구간에서 I 및 E의 standard deviation 값이 줄어들었으며, impedance 값은 감소하고 admittance 값은 증가하는 경향이 템퍼링 온도가 다른 3 종류의 시편에서 공히 관찰되었으나(Fig. 12 참조), 이의 정확한 원인을 밝히기 위해서는 보다 더 심층적인 연구가 필요하다.

4. 요약 및 결론

본 연구에서는 템퍼링 조건을 달리한 AISI 403 stainless steel을 대상으로 Cl⁻ 이온 함유 수용액에서 slow strain rate test를 통하여 응력 부식 진행도중의 potential 및 current noise를 측정하였으며, 이로부터 얻은 주요 결론은 다음과 같다.

1) 3.5% NaCl 수용액에서는 3 종류 시편에서 공히 pitting 발생 및 anodic dissolution이 탐지되었

으며, temper embrittlement를 갖는 시편에서만 microcrack 및 macrocrack의 성장을 나타내는 EN이 측정되었다.

2) 산성화시킨 3.5 % NaCl 수용액에서는 tempering 조건에 관계없이 피막의 생성 및 hydrogen bubble의 evolution에 의한 특징이 EN의 spectrum에 나타났다.

3) Na₂S₂O₃가 포함된 수용액에서는 3종류 시편에서 공히 anodic dissolution의 특징이 나타났으며, 520 및 610 °C에서 템퍼링한 시편에서는 stable pitting과 시편 파단 직전에 macro-crack의 성장을 나타내는 EN이 측정되었다.

4) 국부 부식을 나타내는 DoL, Kurtosis 및 Skewness 등은 micro crack이나 macro crack의 생성 및 성장의 탐지에는 적절한 parameter가 되지 못하였으며, 일부 부식 시스템의 경우 standard deviation, impedance등의 분석을 통하여 Micro-crack의 initiation 및 macro-crack의 growth의 시작 시점을 탐지할 수 있었다.

References

1. J. L. Dawson, *ASTM STP 1277*, p. 3 (1996).
2. D. B. Wells, J. Stewart, R. Davison, P. M. Scott and D. E. Williams, *Corr. Sci.*, **33**(1) 39 (1992).
3. J. Stewart, D. B. Wells, P. M. Scott and D. E. Williams, *Corr. Sci.*, **33**(1) 73 (1992).
4. J. G. Gonzalez-Rodriguez, V. M. Salinas-Bravo, E. Garcia-Ochoa and A. Diaz-Sanchez, *Corrosion*, **53**(9) 693 (1997).
5. M. Leban, V. Dolecek and A. Legat, *Corrosion*, **56**(9) 921 (2000).
6. J. L. Luo and L. J. Qiao, *Corrosion*, **55**(9) 870 (1999).
7. R. A. Cottis, *Corrosion*, **57**(3) 265 (2001).
8. A. Myasaka and H. Ogawa, *Corrosion/90 papae No 67*, NACE, Houston (1990).
9. B. E. Wilde, *Corrosion*, **27**(8) 326 (1971).
10. J. j. Kim, S. J. Cho, H. Moon, B.S. Han and H.K. Chang, *J. Mat. Sci. Lett.*, (9) 1 (1990).