

Electrochemical Polishing for Type 304 Stainless Steel

최갑영*, 김은규, 김춘근, 민석기, 안성호*

한국과학기술연구원 반도체재료연구실
*동일교역주식회사 부설연구소

진공챔버의 진공을 결정하는 요인의 하나는 챔버내벽의 표면가공문제인데, 최근 많이 사용하는 방법이 전해연마법이다. 종래의 표면처리의 주류는 기계적세척과 전후 처리에 TCE등의 유기용매에 의한 oil 제거, 고온세척, 건조등이었으나, 초고진공의 확립을 위해서는 전해연마가 필수적이다. 전해연마는 전해액중에 피연마체와 대극을 침전시켜 피연마체를 양(+)극, 대극을 음(-)극으로해서 전류를 흘려, 피연마체표면의 돌기부에 전류를 집중시켜 돌기부가 우선적으로 ion화 되어 평탄한 면을 얻게한다. 또 피연마체의 표면을 용해시키면서 평탄화 하기때문에 표면층에 혼재한 불순물이나 소성변형층을 제거한다. 따라서 전해연마를 한 후의 표면상태는 양극산화에 의해 보다 얇은 피막으로 덮혀져 자연산화피막과 같이 비교적 안정되고 내식성을 갖게된다.

본 연구에서는 10^{-10} torr이하의 초고진공이 요구되는 MBE chamber(SUS304) 내벽의 표면가공을 위한 기초연구로써, 인산-크롬산계 전해연마액을 사용하여 연마시간, 온도, 전류밀도, 극간거리의 변화에 따른 표면상태를 조사를 통해 SUS304 전해연마의 최적조건을 얻고자 하였다.

시료는 실제 MBE chamber 제작에 사용한 것과 똑같은 SUS304 를 $2 \times 2 \text{ cm}^2$ 크기로 잘라 사용했으며, 용액의 온도균일성을 위해 중탕을 했고, 연마시 발생하는 산소기포에 의해 연마면에 pit가 발생하는 것을 방지하기 위해 magnetic bar를 이용해 용액을 stirring했다.

전해연마장치는 그림1과 같이 직류전원, 전해조, 전해연마액, 음극재료및 heater등으로 구성하였으며, 전해연마의 조건및 순서는 아래와 같다.

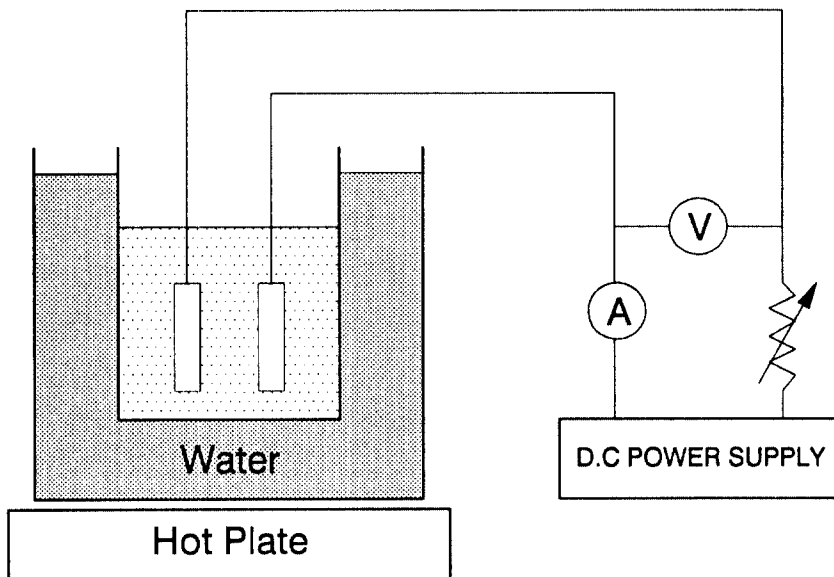


그림 1. 전해연마장치의 구성.

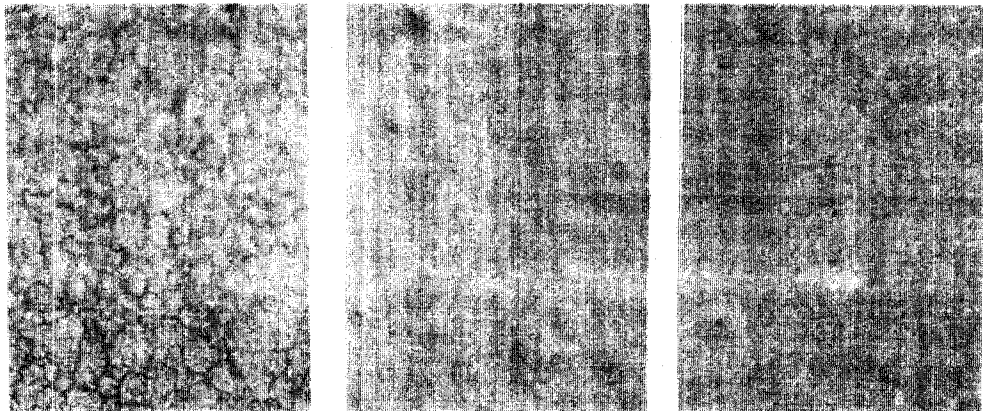
- (1) 직류전원 ; 전원용량 0 ~ 15 A, 0 ~ 50 V
- (2) 전해조 ; beaker
- (3) 음극 ; stainless steel 음극의 크기는 양극(피연마체)에 대해서 1 ~ 1.5배
- (4) 극간거리 ; 20 ~ 50 mm
- (5) 전처리 및 후처리 ; 용제 oil제거 → Alkali oil제거 → 물세척 → 전해연마 → 온수세척 → 물세척 → 고온수세척 → 건조.

전해액은 stainless steel에서 내식성이 우수한 것으로 알려진 인산-크롬산계로써, 조성비는 $H_3PO_4(85\%) : H_2SO_4 : CrO_3 : H_2O = 40\sim 45\% : 34\sim 37\% : 3\sim 4\% : 17\sim 20\%$ 로 하였다.

전해연마의 기본적인 mechanism은 양극측의 금속표면이 튀어나온 부분부터 용해되어 평탄한 광택면을 얻게 되는 것으로 알려져 있는데, 양극표면에서의 높은 전류밀도는 산소기포의 발생을 야기하게 되는데, 이와 같은 급격한 산소의 발생은 연마에 지장을 주고 작은 구멍(pit) 발생의 원인이 된다. 따라서, 평탄한 광택면을 위해서는 전류밀도의 조정이 중요하다.

우선, 극간거리의 효과를 조사하기 위해 인산-크롬산계의 전해연마액 $H_3PO_4(85\%)$ 100 ml와 CrO_3 30 g 혼합액으로 상온에서 $0.1 A/cm^2$ 의 전류밀도로 20분 동안 연마해 본 결과, 극간거리 2 cm 와 4 cm 에서는 차이를 발견할 수 없었다. 한편, 전해연마면에 대한 표면상태를 광학현미경으로 조사해 본 결과 전류밀도와 연마시간은 상호 상관관계를 가져 극간거리를 2 cm 의 경우, 상온에서 $0.1 A/cm^2$ 에서는 20분 이상의 연마시간이 요구되며, $0.2 A/cm^2$ 에서는 10 - 20 분 연마후에 비교적 평탄한 광택면을 가짐을 볼 수 있었다(그림 2).

이상과 같은 사전 연구결과를 기초로 고진공챔버 제작에서 주로 활용되고 있는 인산-크롬산-황산계의 전해액에 대한 최적조건을 구하기 위해 전류밀도와 연마시간, 그리고 전해액의 온도등에 대한 상관관계를 조사하였다. 연마전후 시료들에 대한 표면상태를 Normarski 광학현미경, SEM 측정으로 비교하고, 표면거칠기(surface roughness)도 조사하였는데, 이들 결과는 직접 논의할 것이다.



연마전

10분 연마후

20분 연마후

그림 2. SUS304에 대한 인산-크롬산계 전해연마표면 사진(x600).