

주파수 변화에 따른 AFM 기반의 펄스 전기화학 폴리싱 표면특성 분석

김영빈⁺, 김종태⁺⁺, 안동규⁺⁺⁺, 박종락⁺⁺⁺⁺, 정상화⁺⁺⁺, 박정우^{*}
(논문접수일 2011. 05. 04, 수정일 2011. 12. 28, 심사완료일 2011. 12. 30)

AFM based Surface Verifications of Pulse Electrochemical Polishing for Various Frequency Conditions

Young Bin Kim⁺, Jong Tye Kim⁺⁺, Dong Gyu Ahn⁺⁺⁺, Jong Rak Park⁺⁺⁺⁺, Sang Hwa Jeong⁺⁺⁺, Jeong Woo Park^{*}

Abstract

Pulse electrochemical polishing process has been used to improve mechanical properties such as surface roughness and corrosion resistance on conductive metallic materials. In addition, pulse electrochemical polishing process with various frequency may produce a lustrous, smoother, deburred and cleaned surface on workpiece. The aim of this paper is to study surface characteristics of pulse electrochemical polishing for various frequency conditions using AFM to verify localized surface variation in nanometer scale.

Key Words : Pulse electrochemical polishing(펄스 전기화학 폴리싱), Electrochemical polishing(전기화학 폴리싱), Atomic force microscope(원자현미경), Scanning electron microscope(전자현미경)

1. 서론

최근 기계 산업 및 미세정밀 부품의 수요에 맞춰 마이크로 / 나노 관련 산업의 발달에 따라 표면 청정도와 정밀도가 요구되어 지고 있다. 전기화학 폴리싱(Electrochemical Polishing, ECP)은 기계적 성질에 무관하게 화학적으로 가공하는 방법이므로 난삭재 가공 등에 많이 사용되고 있으며, 표면의 최종공정 과정으로 많이 사용되고 있다. 일반적으로 접촉방식인 기계적인 폴리싱 방법은 공작물 표면에 미세한 가공흔적이 남아 근본

적으로 정밀하고 청정한 표면을 얻을 수 없게 된다. 그러나 전기화학 폴리싱과 같은 비접촉식 가공법을 사용하였을 경우 공작물 표면에 미세한 가공 흔적이 남지 않을 뿐만 아니라 청정도 또한 향상되는 결과가 보고 되어있다. 전기화학 폴리싱 가공법은 전류 밀도를 이용하여 표면을 가공한다^(1,2). 일반적인 전기화학 폴리싱은 공작물에 경면 가공법을 이용한 경우의 표면과 가까운 결과를 나타낼 수 있었으나 낮은 전류밀도를 사용하였을 경우 공작물 표면에 부식이 일어나 검게 변하는 결과를 확인할 수 있다. 그러나 낮은 전류밀도에서는 기계적 폴리싱 방법으

+ 조선대학교 일반대학원 첨단부품소재공학과(정밀기계설계공학전공)
++ 조선대학교 바이오리파이너리연구센터
+++ 조선대학교 기계공학과
++++ 조선대학교 광기술공학과
* 교신저자, 조선대학교 기계설계공학과 (jwoopark@chosun.ac.kr)
주소: 501-759 광주광역시 동구 필문대로 309번지

로 가공하지 못하는 미세한 부분까지 가공할 수 있기 때문에 전원 공급기의 전압을 적절히 조절한다면 기존의 가공법을 이용한 것보다 향상된 표면을 얻을 가능성이 있다고 본다⁽³⁾. 즉, 펄스 전기화학 폴리싱(Pulse electrochemical polishing, PECP)을 이용하게 된다면 가공 시 전기화학 폴리싱으로 가공하지 못하는 미세한 표면의 부분까지 가공될 뿐만 아니라 정밀한 치수를 요구하는 공작물까지 효율적으로 가공할 수 있다^(4,5). 본 연구의 목적은 기존의 전기화학 폴리싱 방법을 이용한 미세한 표면가공 보다 더욱 우수한 표면 가공을 위해 펄스를 이용한 전기화학 폴리싱 가공으로 공작물의 평활도와 청정도를 높이는 것이다.

2. 펄스 전기화학 폴리싱의 원리

펄스 전기화학 폴리싱은 전기화학 폴리싱에 펄스 전원을 접목시켜 전기·화학 반응을 이용한 양극의 용해 과정으로써 산화전극과 환원전극을 전해액에 침지, 또는 전해액의 유동이 이루어지는 환경에서 실시한다. 산화전극은 환원전극과의 전기화학적 반응을 통해 표면에서의 용해작용으로 표면의 향상된 광택과 평활한 표면을 얻게 되어 공작물을 산화전극으로 사용한다. 반면에 환원전극은 불용해성이고 전기 저항이 적어야 하기 때문에 본 실험에서는 구리(Cu)를 사용하였다. 전해액 속의 두 전극에 펄스 전류를 인가 시켰을 때 Fig. 1과 같이 양극 용해 과정이 일어나는데, 이때 산화전극 표면에서는 소량의 산소 가스가 발생하고 환원전극 표면에서는 다량의 수소 가스가 발생한다. 이와 같은 용해과정을 통해 펄스 전기화학 폴리싱은 공작물 표면의 요(凹)부를 안전화 된 산화막이 덮어 그 부분의 용해를 방해하고, 철(凸)부가 되는 곳은 전류가 집중되어 선택적 용해가 이루어진다. 상기의 일련과정에 의하여 전기화학 폴리싱 프로세스가 진행된다. 본 연구에서 적용되는 펄스 전기화학 폴리싱은 일련의 불연속적인 전원인가 방식을 통하여 근본적으

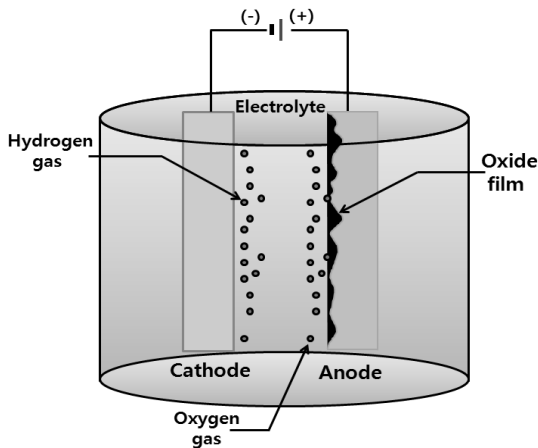


Fig. 1 Principle of electrochemical polishing

로 과도한 전해용출의 방지를 도모하고 펄스조건의 정상적인 분석을 통하여 국부적인 표면 변화와의 상관관계를 규명함에 있다.

3. 실험 장치 및 방법

본 실험은 AFM 측정 기반의 펄스 전기화학 폴리싱 가공법으로 기존의 전기화학 폴리싱 가공법에 펄스전원을 사용하여 주파수의 변화에 따른 표면의 변화를 측정할 실험이다. 실험에 사용된 전해액은 2.4 M H₂SO₄와 5.9 M H₃PO₄ 및 초 순수를 혼합하여 사용하였다. Fig. 2 (a)는 본 실험에 사용된 펄스 전기화학 폴리싱 장치를 나타낸 계략도이다. Fig. 2 (a)에 환원전극으로는 불용해성이며 전기저항이 적은 구리재질의 시험편을 사용하였으며 두께는 1mm 크기는 10mm × 100mm의 시험편을 사용하였다. 공작물로 사용 될 산화전극은 스테인리스 강 316L로 두께는 0.3mm 이며 크기는 10mm × 100mm의 크기로 제작하였다. 또한 시험편의 국부적인 가공을 위해 Fig. 2 (a) 실험 장치 계략도에서 보는 바와 같이 공작물로 사용 될 시험편 표면에 5mm × 5mm를 제외한 나머지 부분을 니트론셀룰로오스로 도포하여 시험편의 표면에 산성계의 전해액이 침투하지

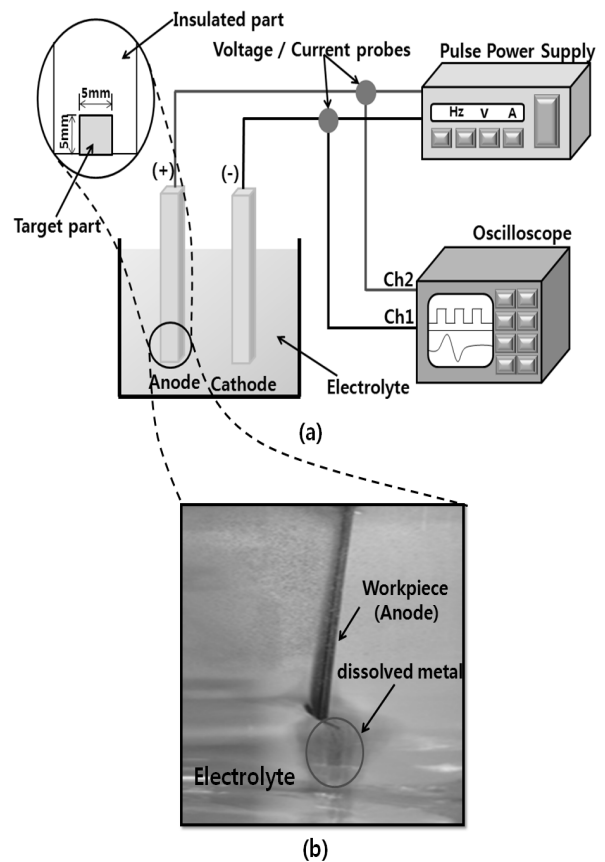


Fig. 2 Experimental setup. (a) schematic of experiment (b) pulse electrochemical polishing process

않도록 하였다. 산화전극과 환원전극의 간극으로는 10mm를 유지 시켰다. 본 실험에서는 50V, 12A 출력을 가지는 펄스 전원공급기를 사용했으며 펄스 파형 측정을 위해 DSO1024 오실로스코프(Agilent Technologies, 200MHz, 2GSa/s)에 전압프로브(Agilent Technologies, 300V)와 전류프로브(Tektronix, 1mV/mA, 50Ω)를 연결하여 표면 가공 시 펄스 주파수의 변화 및 전류 전압을 모니터링 하였다. 가공 된 공작물의 표면을 측정하기 위해 PISA사의 AFM(XE - 100)을 사용하여 국부적인 미세표면(10μm × 10μm)을 측정하였으며 FEI Company사의 SEM(FE - ESEM)을 이용해 시험편의 표면 형상을 5000배 확대 측정하여 표면의 형상을 비교 분석 하였다.

Table 1은 펄스 전기화학 가공 시 실시한 주파수 변경에 관한 실험 조건표이다.

Table 1 Experimental conditions

No.	Frequency (Hz)	Voltage (v)	Ampere (A)	Duty (%)	TIME (sec)
1	125	9	0.6	25	180
2	225	9	0.5	25	180
3	325	9	0.5	25	180
4	425	9	0.5	25	180
5	525	9	0.5	22.5	180
6	625	9	0.4	25	180
7	725	9	0.4	25	180
8	825	9	0.4	25	180
9	925	9	0.4	25	180

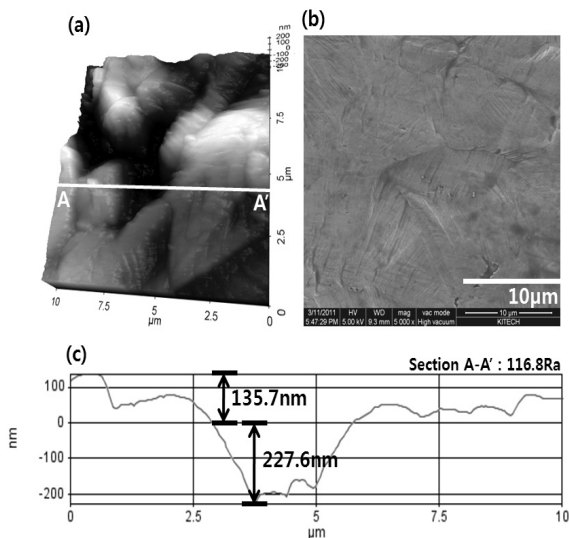


Fig. 3 Sample surface before pulse electrochemical polishing (a) AFM topographical image, (b) SEM of the surface, (c) cross - sectional profile along AA' in (A)

4. 실험 결과

Fig. 3은 AFM과 SEM을 이용하여 스테인리스 강 316L의 시험편을 펄스 전기화학 폴리싱 가공 전의 표면을 측정된 결과이다. Fig. 3(a)는 펄스 전기화학 폴리싱 표면 전의 시험편의 형상을 AFM으로 측정한 3차원 이미지로써 표면의 단차가 매우 크며 굴곡이 심하다는 것을 알 수 있다. Fig. 3(c)는 Fig. 3(a)의 단면을 나타내주는 그래프 이미지로써 최대 깊이는 227.5nm이고, 돌출된 부분의 높이는 135.7nm로 측정 되었으며, Fig. 3(b)는 SEM을 이용하여 표면을 5000배 확대한 그림으로 높은 단차로 인하여 표면 형상이 불규칙적이고 매끄럽지 못한 것을 확인 할 수 있다. Fig. 4는 스테인리스 강 316L의 시험편을 125Hz, 9V, 0.6A, duty factor : 25%, pulse time : 2ms, pause time : 6ms 조건에서의 실험결과이다. Fig. 4(a)는 스테인리스 강 316L을 표면 가공 후 AFM을 이용하여 측정한 시험편의 표면을 3차원으로 나타낸 것이다. 표면의 전체적인 형상은 커다란 굴곡이나 표면의 단차가 보이지 않을 정도로 평활하게 가공 되었으나 화학 반응 시 발생된 국부적인 전류 집중 현상에 의해 시험편 표면에 피트가 발생됨을 알 수 있다. Fig. 4(c)는 Fig. 4(a)의 단면을 나타내는 그래프로 낮은 주파수를 이용하여 표면 가공을 하였을 때 Fig. 4(c)의 그래프와 같이 표면이 평활하게 형성되는 것을 확인 할 수 있었으며 표면의 깊이는 3.3nm이고 돌출된 부분의 높이는 2.9nm로 확인 되었다. 또한 시험편의 10μm × 10μm의 국부적인 면적의 거칠기는 1.1nm로 표면 가공 전의 시험편과 표면 거칠기를 비교하였을 때 약 103배 정도 향상됨을 알 수 있다. Fig. 4(c)의 section

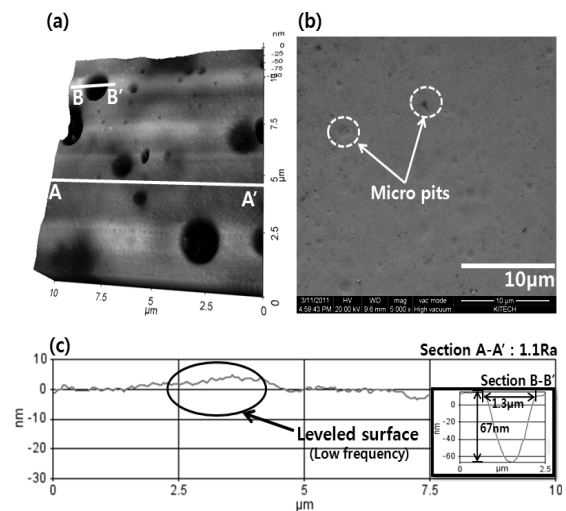


Fig. 4 Sample surface after pulse electrochemical polishing(125 Hz, 9 V, duty factor : 25%, 0.6 A, pulse time : 2ms, pause time : 6ms). (a) AFM topographical image, (b) SEM of the surface, (c) cross - sectional profile along AA' in (A). Inset shows cross - sectional profile along BB' in (B).

B-B'는 표면 가공 시 일어나는 피트를 나타낸 그래프로 피트의 폭은 1.3 μm , 깊이는 67nm로 측정되었다. Fig. 4(b)는 SEM을 이용하여 가공 시험편의 표면을 5000배 확대하여 관찰한 이미지로 표면에 부분적인 피트 생성이 확인 되었다. 이러한 국부적인 피트의 발생은 전기화학 폴리싱 처리된 스테인리스 강 316L의 청정도, 내부식성 및 표면 거칠기 개선에 다소 악영향을 미치게 되며, 향후 극청정 바이오 관련 부품에 적용을 위하여 반드시 재고되어야 하는 파라미터이다. Fig. 5는 스테인리스 강 316L의 시험편을 525Hz, 9V, 0.6A, duty factor : 25%, pulse time : 0.47ms, pause time : 1.4ms 조건에서의 실험결과를 보여주는 것으로 Fig. 5(a)는 표면 가공 후 AFM을 이용하여 10 μm \times 10 μm 의 면적에 대해 국부적인 표면 측정을 한 3차원 이미지이다. Fig. 4(a)에 비교해 보았을 때 1nm급 표면 요철에 의해 표면이 다소 거칠어 보이나 Fig. 5(a)의 단면을 보여주는 Fig. 5(c)는 Fig. 4와 같이 125Hz를 인가하여 표면 가공 시험편보다 주파수가 높아질수록 표면의 형상도 거칠어짐을 알 수 있다. 표면의 최대 깊이는 7.9nm이며, 돌출된 부분은 9.8nm, 표면 거칠기는 4.9nm로 측정 되었고 피트의 직경이 작아졌으며 표면 거칠기가 향상됨을 알 수 있다. Fig. 5(c)의 section B-B'를 통해 표면가공 시 형성되는 피트의 폭은 0.9 μm , 깊이는 42.5nm로 측정되었다. 또한 표면 가공 전인 Fig. 3의 시험편과 비교해 보았을 때 표면 거칠기의 값이 약 24배 향상됨을 알 수 있었다. Fig. 5(b)는 SEM을 이용하여 시험편을 5000배 확대한 것으로 부분적인 피트 생성과 국부적인 부식이 된다는 결과를 얻었다. Fig. 6은 스테인리스 강 316L의 시험편을 925Hz, 9V,

0.4A, duty factor : 25%, pulse time : 0.27ms, pause time : 0.8ms 조건에서의 실험한 결과를 보여준다. Fig. 6(a)는 가공 후 AFM을 이용하여 시험편의 표면을 측정된 결과이다. 표면 피트의 수는 줄었지만 전체적인 표면 형상은 매우 거칠게 형성되었다. Fig. 6(c)는 Fig. 6(a)의 단면을 나타낸 그래프로 상대적으로 높은 주파수를 사용할수록 표면의 형상은 매우 거칠게 형성됨을 알 수 있으며, section A-A'로 표면 확인결과 최대 깊이 58.9nm, 돌출된 부분의 최대 높이는 35.6nm로 측정되었고 표면 거칠기는 10.8nm로 측정되었다. Fig. 6(c)의 section B-B'는 표면가공 시 생성되는 피트로 폭은 0.3 μm , 깊이는 75.3nm로 측정이 되었다. 표면 가공 전의 Fig. 3의 시험편 표면보다 표면 거칠기의 값이 약 11배 향상됨을 알 수 있다. Fig. 6의 시험편은 Fig. 5의 시험편에 비해 표면 거칠기가 저하된 것을 확인할 수 있었으며 고주파성분의 미소한 요철이 상당 부분 남아있는 결과를 보이고 있음을 확인할 수 있다. Fig. 6(b)는 SEM을 이용하여 5000배 확대한 이미지로 표면의 피트 수와 피트의 크기는 줄었으나 미세 표면 단차로 인해 표면 거칠기가 저하된다는 것을 확인할 수 있었다. 본 연구는 가공 된 전체적인 표면 거칠기를 확인하는 것이 아닌 국부적인 표면 가공에 사용 될 의학, 바이오, 마이크로/ 나노 분야에서의 미세 표면 가공으로 목적을 두고 있다. Fig. 7은 스테인리스 강 316L의 펄스 전기화학 폴리싱 가공 시 주파수 변화에 따른 국부적인 시험편의 거칠기 변화를 그래프로 보여주는 것으로 실험결과 저주파 영역에서는 Fig. 4(a)와 (c)에서 보이는 것과 같이 주파수가 낮아질수록 표면 거칠기는 향상되는 경향을 보였다. 반면 저주파 영역에서

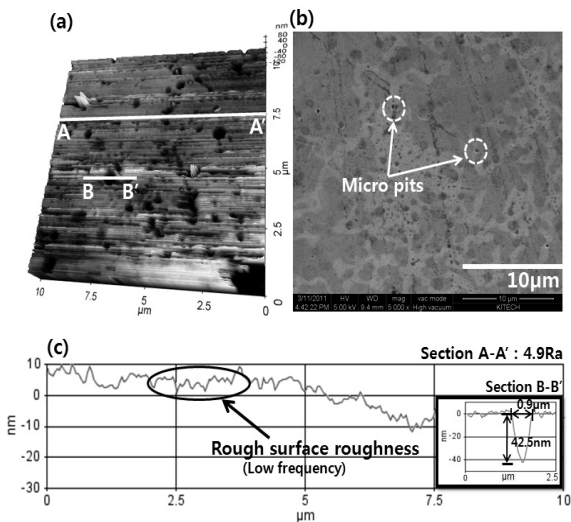


Fig. 5 Sample surface using pulse electrochemical polishing(525 Hz, 9V, duty factor : 25%, 0.5A, pulse time : 0.47ms, pause time : 1.4ms). (a) AFM topographical image, (b) SEM of the surface, (c) cross - sectional profile along AA' in (A). Inset shows cross - sectional profile along BB' in (B).

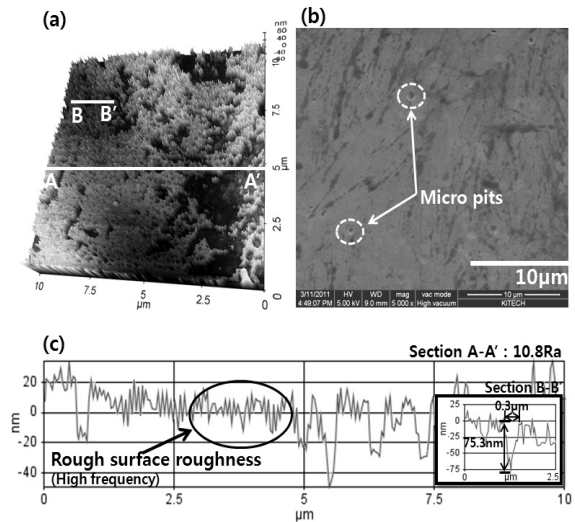


Fig. 6 Sample surface using pulse electrochemical polishing(925 Hz, 9V, duty factor : 25%, 0.4A, pulse time : 0.27ms, pause time : 0.8ms). (a) AFM topographical image, (b) SEM of the surface, (c) cross - sectional profile along AA' in (A). Inset shows cross - sectional profile along BB' in (B).

상대적으로 주파수가 높은 Fig. 6의 시험편과 같이 주파수를 높일수록 표면에는 수많은 미세 돌출부로 인해 표면 거칠기가 점점 감소한다는 것을 알 수 있다. Fig. 8은 스테인리스 강 316L의 펄스 전기화학 폴리싱 가공 시 pulse time과 국부적인 표면 거칠기 관계를 나타낸 그래프이다. 실험결과 pulse time이 0.47ms 이상의 영역에서 표면 거칠기의 개선 효과를 얻을 수 있었다. Fig.

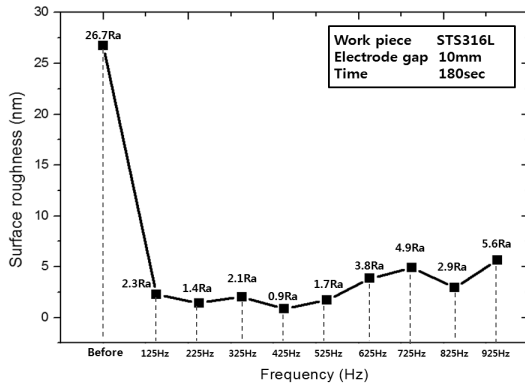


Fig. 7 Surface roughness variation according to input frequency in PECP

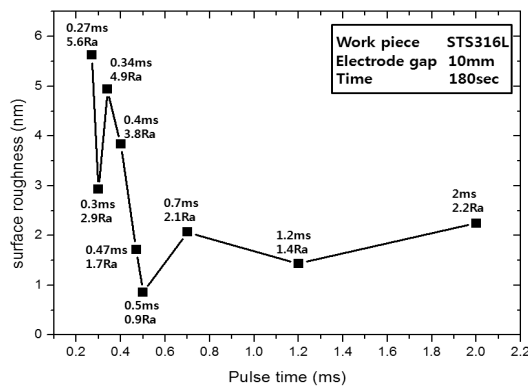


Fig. 8 Surface roughness variation according to input pulse time in PECP

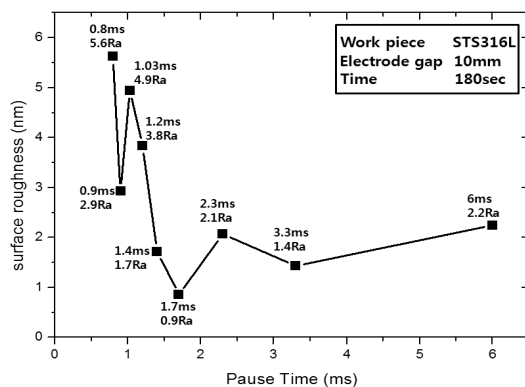


Fig. 9 Surface roughness variation according to input pause time in PECP

9는 스테인리스 강 316L의 펄스 전기화학 폴리싱 가공 시 pause time과 국부적인 표면 거칠기 관계를 나타낸 그래프이다. 실험결과 pause time이 1.4ms 이상의 영역에서 좋은 표면 거칠기 값을 얻을 수 있었다.

5. 결론

본 연구는 스테인리스 강 316L의 시험편을 펄스 전기화학 폴리싱 가공 시 펄스 주파수 변화를 중심으로 표면 개선 정도의 상관관계를 분석하였다.

- (1) Fig. 10에서 3차원 AFM 이미지인 (a)와 (b)를 비교하였을 때 Fig. 10(b)의 그림이 거칠어 보이나 Fig. 10의 (c)와 (d)의 그래프를 비교해 보면 눈에 보이는 표면보다 425Hz의 주파수를 이용하여 가공하였을 때 원재료의 표면에 비하여 매우 우수한 표면 거칠기 개선 결과를 달성하였음을 알 수 있었다.
- (2) 낮은 주파수를 인가 시켰을 때 표면 거칠기는 향상 되어 형상은 매끄러웠으며 피트의 깊이는 깊고 직경이 매우 컸으나, 상대적으로 높은 주파수를 인가 시켰을 때 표면 거칠기의 향상이 다소 저조하나 피트의 크기가 작아지고 발생 빈도가 매우 감소하였다.

본 실험을 통해 저주파 영역에서의 펄스를 이용한 전기화학 적 표면 가공 폴리싱의 가능성을 확인 할 수 있었으며, 향후 피트의 발생 빈도를 고려한 고주파 영역에서의 표면가공 실험을 통해 매우 정밀한 펄스 전기화학 적 폴리싱 가공법을 확립할 수 있을 것으로 기대된다.

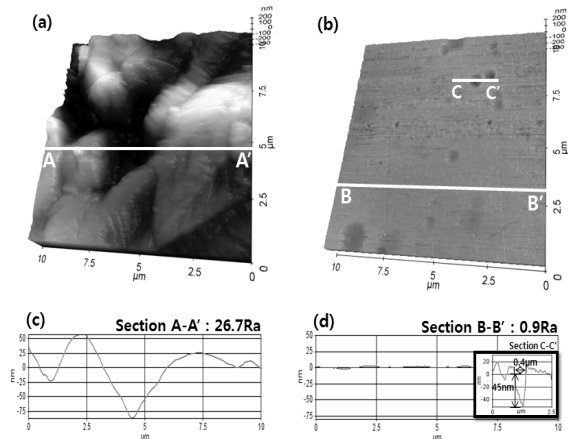


Fig. 10 (a) AFM topographical image before pulse electrochemical polishing, (b) AFM topographical image after pulse electrochemical polishing, (c) cross - sectional profile along AA' in (A), (d) cross - sectional profile along BB' in (B). Inset cross - sectional profile along CC' in (C).

후 기

본 연구는 2010 년도 지식경제부의 재원으로 한국 에너지 기술평가원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 과제입니다(No. 20103020090020).

참 고 문 헌

- (1) Park, J. W., Lee, E. S., and Moon, Y. H., 2002, "A Study on the Electrochemical Micro-Machining for Fabrication of Micro Grooves," *Journal of the Korean Society for Precision Engineering*, Vol. 19, No. 4, pp. 101~108.
- (2) Lee, E. S., and Kim, C. G., 2002, "A Study on Machining Characteristics of Stainless Steel and Aluminum Alloy," *Proceedings of the 2002 KSMTE Fall Conference*, pp. 302~307.
- (3) Lee, D. H., Park, J. W., and Moon, Y. H., 2003, "Study on Electrochemical Polishing for Stainless Steel using Micro Pulse Current", *Proceedings of the 2003 KSTP Spring Conference*, pp. 127~130.
- (4) Song, J. B., Lee, E. S., and Park, J. W., 1999, "A Study on the Machining Characteristics of Electro polishing for Stainless Steel," *Journal of the Korea Society of Mechanical Engineers*, Vol. 23, No. 2, pp. 279~286.
- (5) Choi, K. H., Oh, H. S., and Kim, K. N., 2010, "Electropolishing Method for Precision Process of Surface," *Proceedings of the 2010 KSMTE Fall Conference*, pp. 328~333.