

반도체 공정용 Ni-Cr-Mo계 합금의 전해연마에서 전해액 조성이 표면 품질에 미치는 영향

양현석¹ · 정우철¹ · 한덕현¹ · 최광수¹ · 성열주² · 공만식^{1,†}

¹고등기술연구원 신소재공정센터, 경기도 용인시 처인구 백암면 고안로51번길 175-28

²(주)아스플로 기술연구소, 경기도 화성시 정남면 정남산단로 38

(2025년 10월 14일 접수, 2025년 11월 09일 수정, 2025년 11월 12일 채택)

Effect of Electrolyte Composition on Surface Finish during Electropolishing of Ni-Cr-Mo Alloys for Semiconductor Processing

Hyunseok Yang¹, Woo-Chul Jung¹, Deokhyun Han¹, KwangSu Choi¹,
Youl Zhoo Sung², and Man-sik Kong^{1,†}

¹Advanced Materials & Processing Center, Institute for Advanced Engineering, Yongin, 17180, Korea

²R&D Center, ASFLOW Co., Ltd., Hwaseong, 18514, Korea

(Received October 14, 2025; Revised November 09, 2025; Accepted November 12, 2025)

This study investigated how electrolyte composition affects surface roughness during the electropolishing of Ni-Cr-Mo alloys. Mixtures of phosphoric acid, sulfuric acid, and water in ratios ranging from 6:3:1 to 8:1:1 were tested at 50 °C and 3.5 V for 20 minutes. The 7:2:1 ratio produced the lowest surface roughness, meeting semiconductor specifications. Surface observations revealed uniform dissolution with minimal bubble traces. An inverse correlation between weight loss and conductivity with Ra suggested that smoothness is governed by uniform, rather than excessive, dissolution. ICP-OES analysis identified nickel and chromium as the primary elements dissolving from the alloy, contributing to surface leveling, while molybdenum enhanced corrosion resistance. Conversely, significant amounts of iron were detected, which were attributed to contamination from the experimental jig rather than from the alloy's primary dissolution. Copper was also found to originate from counter-electrode dissolution. These results indicate that bath contamination from the fixtures (jig and electrode) is a critical process variable. Overall, the 7:2:1 electrolyte effectively balanced the viscous film-forming properties of phosphoric acid with the ionic conductivity of sulfuric acid, facilitating stable electrochemical dissolution and achieving a defect-free finish.

Keywords: Electropolishing, Ni-Cr-Mo alloy, Surface roughness, Electrolyte composition, Dissolution behavior

1. 서론

Ni-Cr-Mo계 합금은 우수한 내식성, 기계적 안정성, 고온 내구성을 동시에 갖춘 대표적인 고내식 합금으로, 화학 플랜트, 에너지, 해양 구조물 등 극한 환경에서 널리 활용되어 왔다 [1]. 최근에는 반도체 제조 장비와 초고순도 가스 공급 라인에서도 기존의 스테인리스강을 대

체하여 Ni-Cr-Mo계 합금의 적용이 빠르게 확산되고 있다. 이는 반도체 산업에서 몰리브데넘(Mo)의 수요가 급격히 증가하며, 이 원소가 고청정 금속 공정의 핵심 소재로 부상하고 있기 때문이다. 소자의 미세화 및 고집적화가 진전됨에 따라 금속 인터커넥트에서 텅스텐(W)을 대체하는 재료로 몰리브데넘이 주목받고 있으며, 낮은 전기저항 증가율과 우수한 전자 이동 특성, 장벽층(barrier layer) 단순화 등의 장점을 지닌다 [2]. 동시에 몰리브데넘은 높은 용점과 내식성 덕분에 반도체 장비의 구조 부품 및 가스 유로 소재로의 활용도 확대되고 있다 [3].

[†]Corresponding author: mskong@iae.re.kr

양현석: 책임연구원, 정우철: 선임연구원, 한덕현: 선임연구원, 최광수: 선임연구원, 성열주: 수석연구원, 공만식: 수석연구원

이러한 산업적 배경에서 Ni-Cr-Mo 합금은 반도체용 초고순도 유로 부품 소재로 높은 잠재력을 지니며, 특히 반도체 공정이 요구하는 극청정·초평탄 표면(ultra-high purity and ultra-smooth surface) 구현이 핵심 과제로 부상하고 있다. 이를 실현하기 위한 대표적 표면처리 기술이 전해연마(Electropolishing, EP)이다. 전해연마는 산성 전해액을 이용해 금속 표면을 미세 용해시켜 평탄화하는 공정으로, 미세 요철 제거, 오염층 제거, 표면 재현성 확보 등 다양한 장점을 갖는다. 전해연마의 평탄화 효과는 전류 분포의 균일성과 표면에서 형성되는 점성 확산층(viscous diffusion layer)의 안정성에 의해 결정되며, 이 확산층은 금속의 미세 돌출부에서 더 빠른 용해를 유도함으로써 나노 수준의 조도 제어를 가능하게 한다 [4,5].

전해연마 공정의 성능을 결정짓는 대표적인 변수는 전해액 조성이다. 일반적으로 Ni계 합금의 전해연마에는 인산-황산-물($H_3PO_4-H_2SO_4-H_2O$) 조합이 널리 사용되며, 각 성분은 서로 상호 보완적 기능을 수행한다. 인산은 점성층 형성을 유도하여 평탄화 메커니즘을 뒷받침하고, 황산은 강한 산화 및 금속 용해 반응을 촉진하며, 물은 전해질 이온의 확산 및 전도도를 조절한다 [4]. 따라서 세 성분의 조성비는 전해연마의 반응 거동과 결과 표면의 품질을 결정짓는 중요한 인자로 알려져 있다. 그러나 Ni-Cr-Mo 합금은 Cr과 Mo의 산화 경향이 높아, 일반적인 스테인리스강이나 단순 Ni계 합금과는 상이한 용해 거동을 나타낼 가능성이 있다.

지금까지의 연구들은 주로 스테인리스강이나 일부 Ni계 합금에 국한되어 있으며, Ni-Cr-Mo계 합금의 전해연마에서 전해액 조성 변화가 전도도, pH, 금속 용출 거동 및 표면조도(Ra)에 미치는 영향을 정량적으로 비교·분석한 연구는 거의 보고되지 않았다 [4-8]. 이에 본 연구에서는 전해액 물성(전도도, pH)과 합금 원소별 용출 거동(Ni, Cr, Mo 등), 그리고 표면조도의 상관관계를 종합적으로 평가하여, Ni-Cr-Mo계 합금 전해연마에서 표면 평탄화 품질 향상 및 최적 조성 조건 규명을 목표로 하였다.

2. 실험방법

2.1 재료 및 전해액 조성

본 연구에 사용된 시편은 Table 1의 조성을 갖는 Ni-Cr-Mo계 합금으로, 직경 20 mm, 두께 3 mm의 디스크 형태로 가공하였다. EP 전, 시편은 표면의 산화층 및 가공 흔적을 제거하기 위해 #400 SiC 연마지로 균일하게 연마하였다. 이후 시편은 증류수와 에탄올로 세척 후 상온에서 건조하여 실험에 사용하였다. Fig. 1과 같이 Ni-

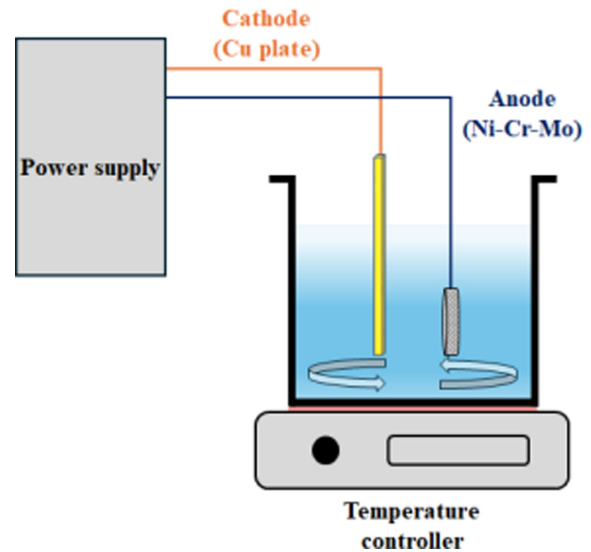


Fig. 1. Schematic diagram of the electropolishing setup for Ni-Cr-Mo alloys

Table 1. Chemical composition of Ni-Cr-Mo alloy specimen

Element	Ni	Cr	Mo	Fe	W	Co	others
Content (wt%)	57.76	22.11	13.73	2.88	2.62	0.05	0.85

Cr-Mo 시편은 작업전극(anode)으로 사용하였으며, 상대전극(cathode)은 동일 면적 폭을 갖는 구리 판재(Cu plate)로 구성하였다. 두 전극은 비커 내 전해액에 1 cm 간격으로 서로 평행하게 배치하였다. 전해액은 인산-황산-물($H_3PO_4-H_2SO_4-H_2O$) 혼합계를 기본으로 하였으며, 조성은 부피비 기준으로 6:3:1, 6.5:2.5:1, 7:2:1, 7.5:1.5:1, 8:1:1의 다섯 가지 조건으로 제조하였다. 모든 전해액은 50 °C에서 유지하여 실험에 사용하였다.

2.2 전해연마 조건 및 전해액 물성 측정

전해연마는 3.5 V의 정전위 조건에서 20분간 수행하였으며, 연마 후 전해액은 회수하여 유도결합 플라즈마 분광기(ICP-OES)를 이용하여 Ni, Cr, Mo, Fe, Cu의 용출 농도를 분석하였다. 분석 결과는 전해액 조성별 ICP 측정값을 바탕으로 각 합금원소의 선택적 용출 거동을 평가하고 표면 평탄화에 미치는 상대적 영향을 해석하였다. 전도도는 전도도계를 이용하여 50 °C에서 측정하였고, pH는 유리전극식 pH meter로 동일 조건에서 측정하였다. 이를 통해 전해액 조성 변화에 따른 전도도와 pH의 경향성 및 표면조도에 미치는 영향을 분석하였다.

2.3 표면 특성 평가

전해연마 전후의 시편은 6개 지점을 임의로 선택하여 공초점 현미경(VK-3050, Keyence)을 이용하여 표면조도를 측정하였다. 측정 결과는 평균값으로 제시하였으며, 표준편차는 $\pm 0.005 \mu\text{m}$ 이내였다. 또한 표면 전반의 균일성 및 연마 흔적을 확인하기 위해 현미경 관찰을 병행하였다. 표면조도 결과는 중량 감소량, 전해액의 전도도, pH와 함께 유도결합 플라즈마(ICP) 분석을 통한 합금 용출 농도 및 미세조직과 연계하여, 용해의 균일성과 표면 평탄화 경향을 종합적으로 평가하였다.

3. 연구결과 및 고찰

3.1 전해액 조성에 따른 표면조도 및 미세조직 변화

Fig. 2는 전해액 조성에 따른 Ni-Cr-Mo 합금의 전해연마 후 표면조도를 나타낸 것이다. 표면조도는 $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O} = 7:2:1$ 조성에서 $0.069 \mu\text{m}$ 로 최저 값을 보였으며, 6:3:1($0.120 \mu\text{m}$)과 8:1:1($0.119 \mu\text{m}$) 조건에서 상대적으로 높은 조도를 나타냈다. 모든 조건이 반도체용 부품의 요구 기준($Ra \leq 0.15 \mu\text{m}$)을 만족하였으나, 7:2:1 조건은 반복 실험에서도 $Ra \leq 0.10 \mu\text{m}$ 이하의 안정적인 재현성을 보여 실제 공정 적용 시 가장 신뢰성 높은 조건으로 판단된다. 이러한 수십 nm 수준의 조도 차이는 미세하지만, 용해 균일성과 공정 신뢰성 측면에서 산업적으로 유의미한 결과이다.

Fig. 3의 전해액의 조성비에 따른 전해연마 후 표면의 광학현미경 이미지에서도 조도의 변화와 유사한 경향이 확인된다. Bare #400 시편에서는 기계적 연마 흔적과 스크래치가 뚜렷하게 관찰되었다. 6:3:1 조건에서는 표

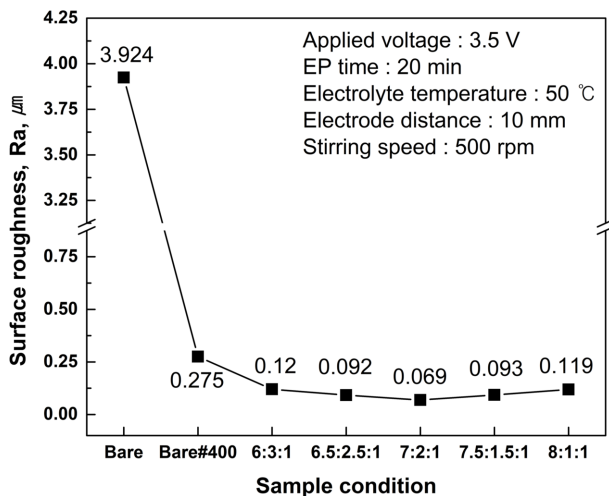


Fig. 2. Effect of electrolyte composition ($\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O} = 6:3:1 \sim 8:1:1$) on surface roughness (Ra) of Ni-Cr-Mo alloy after electropolishing

면 스크래치가 일부 제거되었으나, 균일하지 못한 용해와 국부적인 얼룩이 관찰되었다. 이는 황산의 비율이 상대적으로 높아 인산이 형성하는 점성층(viscous film)의 안정성이 저하되었기 때문으로, 그 결과 전류가 국부적으로 집중되어 비균일 용해가 발생한 것으로 판단된다 [4,9]. 즉, 황산과 인산의 조성 비율 불균형이 반응의 균일성에 주요한 영향을 미치는 것으로 보인다. 인산은 전해 중 점성막을 형성하여 금속 용해 속도를 제어하고, 황산은 이온전도도와 금속염 용해도를 향상시킨다. 따라서 황산이 상대적으로 많으면 인산의 점성 제어 효과가 약화되어 국부 전류 집중이 발생하기 쉬우며, 반대로 황산이 너무 적으면 전도도가 낮아 용해 속도가 불균일해진다 [10,11].

6.5:2.5:1 및 7.5:1.5:1 조건에서는 전반적으로 평활도가 향상되었으나, 여전히 원형 자국이 다수 관찰되었다. 이는 전해 반응 중 Ni-Cr-Mo 합금에서 발생한 기포(oxygen bubble)가 표면에 일시적으로 부착되었다가 탈착되면서 남긴 흔적으로 판단된다 [12]. 이러한 기포는 순간적인 전류 차폐를 유발하여 용해 균일성을 저하시킨다. 반면 7:2:1 조건에서는 기포 흔적의 크기와 밀도가 현저히 감소하였고, 표면 전체가 균일하게 평탄화된 모습이 확인되었다. 이는 인산 점성막의 적절한 두께와 황산의 충분한 전도도로 용해 속도와 전류 분포가 균형을 유지한 결과로 해석된다.

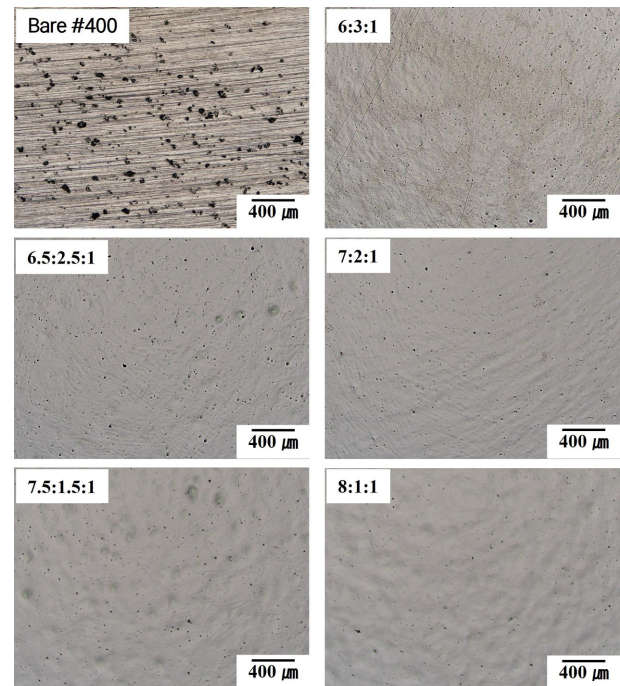


Fig. 3. Optical images of Ni-Cr-Mo alloy surfaces after electropolishing with different electrolyte compositions

한편 8:1:1 조건에서는 황산 비율이 낮아짐에 따라 전해 반응이 상대적으로 약화되었고, 그 결과 미세한 요철과 불균일 용해 흔적이 다시 증가하는 경향이 관찰되었다. 이는 표면 품질이 단순한 용해량보다는 용해의 균일성과 기포 발생의 억제 여부에 크게 의존한다는 점을 보여준다. 따라서 표면조도 수치 데이터(Fig. 2)와 미세조직 이미지(Fig. 3)를 종합적으로 고려할 때, 7:2:1 조성이 인산의 점성 제어와 황산의 전도도 제공이 균형을 이루는 최적 조성으로, 가장 균일한 전해연마 효과를 달성하는 것으로 판단된다.

3.2 무게감량과 표면조도의 상관관계

Fig. 4는 전해연마 후 Ni-Cr-Mo 합금의 무게감량과 표면조도의 상관관계를 보여주는 그래프이다. 전해연마 전후 무게감량 결과는 표면조도와 밀접한 연관성을 보였다. 7:2:1 조건에서 0.327 g으로 가장 큰 용해량을 나타냈으며, 이때 표면조도가 가장 우수하였다. 이는 단순히 용해량이 많기 때문이 아니라, 용해가 시편 전체에서 균일하게 진행되었기 때문으로 판단된다. 즉, 국부적으로 집중된 용해는 오히려 표면 거칠기를 증가시키지만, 7:2:1 조건에서는 인산과 황산의 비율이 최적화되어 점성 확산층의 안정성과 전류 전달의 균형이 확보된 것으로 보인다. 이로써 미세 요철이 선택적으로 제거되어 평활한 표면이 형성된 것으로 판단된다[5].

반면 6:3:1 조건은 0.266 g으로 최저 용해량을 나타냈으며, 표면조도는 0.120 μm 로 가장 높게 나타났다. 이는 용해가 충분히 이루어지지 않아 표면 평탄화 효과가 제한적이었음을 의미한다. 8:1:1 조건에서는 무게감량이 0.305 g으로 높았음에도 불구하고 0.119 μm 로 개선되지

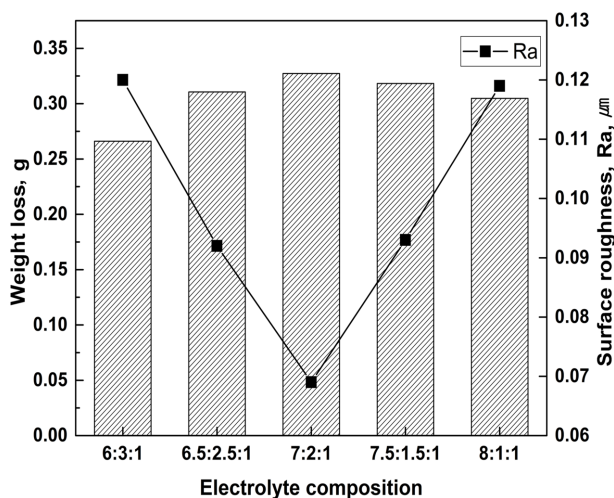


Fig. 4. Relationship between weight loss and surface roughness (Ra) of Ni-Cr-Mo alloy as a function of electrolyte composition

않았는데, 이는 황산 농도 감소로 전해 반응이 약화되어 확산층이 불안정해졌기 때문으로 예상할 수 있다.

따라서 본 연구에서 확인된 경향은 용해량이 많고 동시에 균일할 때만 우수한 표면 특성이 달성된다는 기존 전해연마 메커니즘, 즉 전류 분포의 균일성과 확산층 안정성이 표면 평탄화에 결정적이라는 보고와 실험적으로 일치한다 [13,14]. 인산이 제공하는 점성 확산층은 미세 요철을 선택적으로 제거하는 평탄화 효과를 유도하며, 황산은 충분한 전류 전달을 통해 균일한 용해를 유지시킨다. 황산이 과도할 경우 국부 용해가 우세해 표면 거칠기가 증가하고, 인산이 과도할 경우 전도도 저하로 불균일 용해가 발생한다. 따라서 본 연구에서는 인산과 황산의 비율이 균형을 이루는 7:2:1 조건에서 높은 용해량과 낮은 표면조도가 동시에 달성되며, 이는 Ni-Cr-Mo 합금의 전해연마에 있어 가장 안정적이고 재현성 높은 조건임을 확인시켜 준다.

3.3 전해액 전도도가 연마 균일성에 미치는 영향

Fig. 5는 전해액 전도도와 표면조도의 상관관계를 보여준다. 전해액 조성에 따른 전도도는 6:3:1에서 205.28 mS/cm, 6.5:2.5:1에서 219.15 mS/cm, 7:2:1에서 218.32 mS/cm, 7.5:1.5:1에서 212.67 mS/cm, 8:1:1에서 208.06 mS/cm로 나타났다. 이는 모두 동일한 온도 조건(50 °C)에서 얻어진 값으로, 황산 비율이 1.5~2.5 범위일 때 상대적으로 높은 전도도가 측정되었다. 이는 황산이 이온 전도도를 제공하는 주요 성분임을 고려할 때, 인산과의 균형 조성에서 전하 이동이 가장 원활하게 일어난 결과로 해석된다 [5,15].

전해액 조성에 따른 전도도와 표면조도 사이에는 뚜

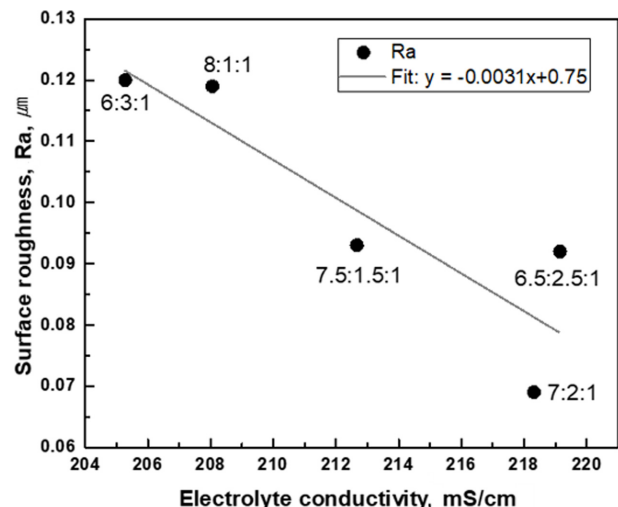


Fig. 5. Relationship between electrolyte conductivity and surface roughness (Ra) of Ni-Cr-Mo alloy after electropolishing under various $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}$ ratios

릿한 음의 상관관계가 확인되었으며, 전도도가 높을수록 표면조도 값이 낮아지는 경향을 나타냈다. 데이터 수가 5개로 제한적임에도 통계적으로도 두 변수의 상관계수는 $-0.88(p < 0.05)$ 로 강한 음의 상관성을 보였고, 회귀 분석 결과 전체 데이터 변동성의 약 71%를 설명할 수 있었다(Adj. $R^2 = 0.71$). 또한 잔차가 매우 낮아(3.99×10^{-4}), 측정 데이터가 회귀선에 잘 부합함을 보여주었다. 이러한 결과는 전해액 전도도가 증가할수록 전류 분포가 균일하게 유지되어 금속 표면의 미세 돌출부가 효과적으로 제거되며, 그 결과 매끄러운 표면이 형성됨을 뒷받침한다 [13,14,16]. 따라서 전해액의 전도도는 전류 분포 균일성과 표면 평탄화 품질을 좌우하는 결정적 요소임을 확인할 수 있다. 즉, 7:2:1 조성에서 가장 낮은 표면조도 값이 얻어진 것은 전도도의 상대적 우수성으로 용해가 시편 전반에 균일하게 진행되고 기포 흔적이 최소화 되었기 때문으로 해석된다.

3.4 전해액의 pH 역할과 표면 거동

전해연마 공정에서 전해액의 pH는 금속의 용해 반응 속도와 표면 용해 거동에 중요한 영향을 미친다. 일반적으로 pH가 낮은 강산성 환경에서는 금속 용해가 촉진되어 전류 전달 효율이 향상되고, 이에 따라 연마 반응이 활성화된다. 그러나 지나치게 낮은 pH에서는 전해연마 과정 중 용해 반응의 과한 활성화로 전류밀도의 국부 집중(localized current concentration)이 발생하여 국부 과용해(micro-pitting)가 나타날 수 있으며, 이는 표면의 균일성을 저하시키는 요인으로 작용한다 [17]. 이러한 국부 용해는 전해액의 pH, 점성층의 안정성, 그리고 전해 중 발생하는 기포 거동과 밀접한 관련이 있다. 즉, pH는 황산과 인산의 해리 평형과 수소 이온 농도를 조절함으로써 점성막의 두께와 용해 균일성에 영향을 미친다. 반대로 pH가 높아 상대적으로 산성도가 약화되면 금속 용해 속도가 저하되어 전류 분포가 균일하게 유지되지 못하고, 결과적으로 평탄화 효과가 저하될 수 있다. 따라서 전해연마에서는 적정 pH 범위 내에서 전류 분포의 균일성과 점성 확산층의 안정성을 동시에 확보하는 것이 중요하다고 알려져 있다 [13,14].

본 연구의 결과에서도 이러한 경향이 부분적으로 확인되었다. 전해액 조성별 pH는 황산 비율이 높은 경우 (6:3:1) 가장 낮은 값을 보였으며(RT: -1.73, 50 °C: -1.66), 황산 함량이 감소할수록 점차 완화되어 8:1:1 조성에서 -1.18(RT), -1.15(50 °C)를 나타냈다(Table 2). 모든 조성에서 온도가 50 °C로 상승했을 때 pH가 증가하는 경향이 관찰되었으며, 이는 고온에서 황산의 해리도가 감소하고 인산의 완충 작용이 상대적으로 강화되었기 때문으로 해석된다 [18]. 그러나 이러한 pH 변화가 표면조

Table 2. pH values of electrolytes at room temperature (RT) and 50 °C

Electrolyte composition (H ₃ PO ₄ : H ₂ SO ₄ : H ₂ O)	pH (RT)	pH (50 °C)
6:3:1	-1.730	-1.662
6.5:2.5:1	-1.629	-1.559
7:2:1	-1.503	-1.372
7.5:1.5:1	-1.315	-1.277
8:1:1	-1.182	-1.150

도의 개선과 직접적으로 연결되지는 않았다. 예를 들면 7:2:1 조성은 pH가 중간 수준(-1.50(RT), -1.37(50 °C))에 위치했음에도 불구하고 가장 낮은 표면조도를 기록하였다. 이는 전해연마 품질이 단순한 산성도의 강약보다는 전해액 내 전류 분포 균일성과 용해 균일성, 그리고 점성층 안정성의 균형에 의해 결정됨을 보여준다. 따라서 pH는 전해액의 화학적 환경을 파악하는 보조지표로서의 의미가 있으나, 표면 평탄화 효과를 직접 설명하기에는 한계가 있는 것으로 판단된다.

3.5 ICP 분석을 통한 합금 원소 용출 특성

전해연마 후 전해액의 ICP 분석 결과와 표면조도의 관계(Table 3, Fig. 6)는 합금 주요 원소의 용출 균형뿐 아니라, 전해 시스템 내 오염 거동을 간접적으로 평가하기 위한 보조 지표로 활용되었다. 비록 ICP 분석은 전류 분포나 전해 반응의 시간적 변화를 직접 반영하지 않지만, 전해연마 과정에서 각 원소의 용출 경향을 화학적으로 해석함으로써 표면 품질 변화의 배경을 추정할 수 있다.

전체 용출 비율로 볼 때, Ni이 전체 용출 금속 중 약 48~53%로 가장 높았으며, Cr은 19~22% 수준을 보였다. 이는 Ni이 합금의 주성분으로 전해연마 반응을 주도하고, Cr이 부분적으로 동반 용해된 결과로 해석된다. 7:2:1 및 6.5:2.5:1 조성에서는 Ni과 Cr의 상대적 용출비가 비교적 균형적으로 유지되어, 이 구간에서 표면조도가 가장 낮게 관찰되었다. 이는 앞서 설명한 바와 같이 인산-황산의 균형이 확보되는 전해액 조성에서 인산의 점성과 황산의 용해력이 최적의 균형을 이루어, 표면 전체에 걸쳐 균일하고 안정적인 점성 확산층이 형성되었음을 시사한다. 이 확산층은 합금의 주성분인 Ni과 Cr이 국부적인 과용해나 식각없이 안정적인 확산 제어 하에 용해되도록 유도하여, 가장 우수한 평탄화 효과를 달성한 것으로 해석된다.

Mo의 경우에는 상대적으로 낮은 농도로 검출되었으나, 기존 연구에 따르면 Ni-Cr-Mo계 합금에서 Mo는 국

Table 3. Relative dissolution ratio of alloy elements in electrolytes after 20 min of EP treatment

Electrolyte composition	Ni (%)	Cr (%)	Fe (%)	Mo (%)	Cu (%)	Co (%)	Total (%)
6:3:1	48.4	19.4	17.4	10.0	4.8	0.03	100
6.5:2.5:1	46.2	19.7	22.9	10.1	1.1	0.03	100
7:2:1	47.9	19.8	20.3	10.3	1.7	0.04	100
7.5:1.5:1	48.7	20.3	19.1	10.6	1.2	0.04	100
8:1:1	53.3	22.0	10.3	11.6	2.7	0.05	100

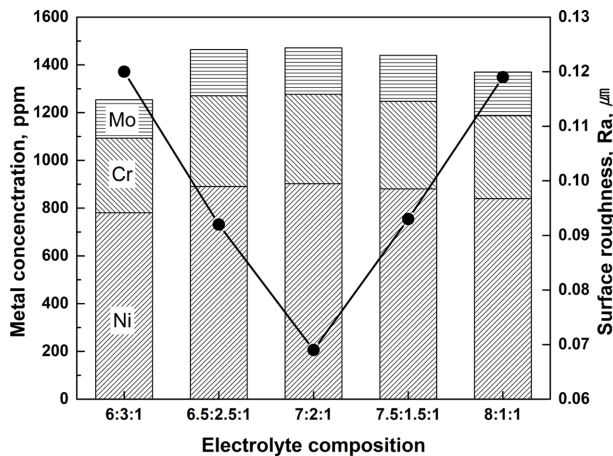


Fig. 6. Dissolution behavior of main alloy elements (Ni, Cr, and Mo) and corresponding surface roughness (Ra) of Ni-Cr-Mo alloy after electropolishing in different electrolyte composition

부 부식 억제 및 피막 안정화에 중요한 역할을 한다 [19,20]. 따라서 본 연구에서도 Mo는 조도 개선보다는 장기적인 내구성 및 피막 안정성 확보에 기여한 것으로 보인다.

한편, ICP 분석에서는 합금의 주성분 외에 상당량의 Fe와 미량의 Cu가 검출되었다. 이는 분석의 오류가 아닌, 전해연마 공정 중 외부에서 기인한 오염원을 나타내는 중요한 데이터이다. 본 합금의 초기 Fe 함량은 약 3 wt% 수준임에도 불구하고, ICP 분석에서는 전체 검출 금속 이온의 10% 이상(최대 22.9%)으로 매우 높게 검출되었다(Table 3). 이는 합금 자체의 용출이 아니라, 전해연마 중 시편을 고정하는 지그(jig)에서 용출된 Fe가 전해액에 혼입된 결과로 의심된다. 특히 강산성 조건에서는 Fe의 용출이 증가함을 알 수 있다.

또한, ICP 분석에서 Cu가 20.8 ~ 77.7 ppm 수준(상대 비율 1.1 ~ 4.8%)으로 검출된 점도 주목할 만하다. Cu는 Ni-Cr-Mo 합금 조성에 포함되지 않으므로, 이는 상대전극으로 사용된 구리판의 용해에 기인한 것으로 판단된다. 특히 황산 비율이 높은 6:3:1 조건에서 Cu 농도가 가장 높게 검출되었는데, 이는 강산성 조건에서 상대전

극의 국부 용해가 가속된 결과로 해석된다. 인산 비율이 높은 8:1:1 조건에서도 Cu가 42.9 ppm 검출되어, 전류 분포 불균일로 인한 전위 상승이 특정 영역에서 발생했을 가능성을 나타낸다.

이러한 Fe 및 Cu 용출은 단순한 실험 오차가 아니라, 산업적 측면에서 지그 및 전극 수명, 전해액 오염, 그리고 공정 안정성 저하로 이어질 수 있는 잠재적 문제로 판단할 수 있다. 지그 및 상대전극의 용해는 시간이 지남에 따라 전해액 내 금속 이온 축적을 유발하고, 이는 전해액의 화학적 조성 및 전도도 변화를 초래하여 전해연마 품질의 재현성 및 수명 저하로 이어질 수 있다. 따라서 산업 적용 시에는 불활성 전극(Ti, Pt, graphite 등) 사용, 전극 표면 보호막(passivation coating) 도입, 또는 전해액 순환 정화 시스템 운용과 같은 관리 전략이 필수적이다. 이러한 대책은 전극 수명 연장뿐 아니라 전해액 폐기량 감소와 오염 저감 측면에서도 중요하다 [21].

종합하면, ICP 결과는 두 가지 측면에서 해석해야 한다. 첫째, 합금 원소(Ni, Cr, Mo)의 용해 거동을 통해 7:2:1 조성이 표면 평탄화에 가장 유리한 용해 균형을 제공함을 확인하였다. 둘째, 오염원(Fe, Cu) 분석을 통해, 실제 공정에서는 합금-전해액 반응뿐 아니라 지그 및 전극 재질의 선정, 전해액 오염관리가 전해연마의 품질 안전성을 위해 통합적으로 고려되어야 함을 알 수 있다.

4. 결론

Ni-Cr-Mo 합금의 전해연마에서 인산-황산-물 조성 변화(6:3:1~8:1:1)에 따른 표면 조도 및 용해 거동을 분석한 결과, 모든 조성에서 반도체용 표면 기준($Ra \leq 0.15 \mu\text{m}$)을 만족하였다. 그중 7:2:1 조성에서 가장 낮은 표면조도($0.069 \mu\text{m}$)와 우수한 재현성이 확보되었으며, 이는 인산의 점성층 형성과 황산의 전도도 제공이 균형을 이루어 용해 반응이 균일하게 진행되고 기포 혼적과 국부 과용해가 최소화된 결과로 해석된다.

무게감량은 $0.266 \sim 0.327 \text{ g}$ 범위였으며, 표면 조도는 용해량 보다는 용해 균일성과 점성층 안정성에 의해 결정되었다. 전해액 전도도는 $205 \sim 219 \text{ mS/cm}$ 범위로, 황

산 비율이 1.5~2.5 구간에서 최대값을 보였고, 전도도가 높을수록 조도가 낮아지는 강한 음의 상관관계($r = -0.88$)가 확인되었다. 반면 pH는 -1.7~-1.1 범위로 변화하였으나 표면 품질에 직접적인 영향을 주지 않았으며, 이는 전해연마가 단순 산도보다는 이온전도 및 점성층 안정성의 균형에 의해 지배됨을 의미한다.

ICP 분석에서는 Ni과 Cr이 합금의 주된 용출 원소로 작용하여 표면 평탄화에 기여함을 확인하였다. 반면, 합금 조성(약 3 wt%) 대비 과도하게 검출된 Fe는 시편 고정용 지그(jig)에서 용출된 외부 오염원으로 판단되었다. 또한 Cu 역시 상대전극(구리판)에서 용해된 것으로 분석되었다. 이러한 Fe와 Cu의 검출은 실제 공정에서 지그 및 전극 재질의 부식으로 인한 전해액 오염과 수명 저하 문제를 야기할 수 있으므로, 이에 대한 통합적인 공정 관리의 필요성을 시사한다.

종합적으로, 인산과 황산의 비율이 균형을 이루는 7:2:1 조성은 용해 균일성, 전도도, 화학적 안정성 측면에서 최적 조건으로 확인되었으며, Ni-Cr-Mo 합금 전해연마 공정에서 고정정-고평탄 표면 확보를 위한 산업적 표준 조건으로의 적용 가능성을 제시한다.

감사의 글

이 연구는 2024년도 산업통상자원부 및 한국산업기술기획평가원(KEIT) 연구비 지원에 의한 연구임(RS-2024-00431424).

References

1. L. F. Huang, Y. Xie, K. Sieradzki, J. M. Rondielli, Elemental Partitioning and Corrosion Resistance of Ni-Cr Alloys Revealed by Accurate Ab-initio Thermodynamic and Electrochemical Calculations, *npj Materials Degradation*, **7**, 94 (2023). Doi: <https://doi.org/10.1038/s41529-023-00414-w>
2. J. H. Moon, T. Kim, Y. Lee, S. Kim, Y. Kim, J. P. Ahn, J. Choi, H. M. Lee, and Y. K. Kim, Electrical Resistivity Modification of Electrodeposited Mo and Mo-Co Nanowires for Interconnect Applications, *Engineering*, **32**, 127 (2024). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.eng.2023.07.017>
3. S. T. Mileiko, High Temperature Molybdenum Matrix Composites, *Ceramics International*, **45**, 7 (2019). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.296>
4. E. Łyczkowska-Widłak, Electrochemical Polishing of Austenitic Stainless Steels, *Materials*, **13**, 11 (2020). Doi: <https://doi.org/10.3390/ma13112557>
5. S. Zaki, N. Zhang, and M. D. Gilchrist, Electropolishing and Shaping of Micro-Scale Metallic Structures: Mechanisms, Process Parameters and Applications, *Micromachines*, **13**, 468 (2022). Doi: <https://doi.org/10.3390/mi13030468>
6. E. M. Beamud-González, P. J. Núñez-López, and E. García-Plaza, Electropolishing Stainless Steel Optimization Using Surface Quality, Dimensional Accuracy, and Electrical Consumption Criteria, *Materials*, **16**, 5 (2023). Doi: <https://doi.org/10.3390/ma16051770>
7. P. J. Núñez, E. García-Plaza, M. Hernando, and R. Trujillo, Characterization of Surface Finish of Electropolished Stainless Steel AISI 316L with Varying Electrolyte Concentrations, *Procedia Engineering*, **63**, 771 (2013). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.08.255>
8. O. Lebedeva, D. Kultin, A. Zakharov, and L. Kustov, Advantages of Electrochemical Polishing of Metals and Alloys in Ionic Liquids, *Metals*, **11**, 6 (2021). Doi: <https://doi.org/10.3390/met11060959>
9. E. Łyczkowska-Widłak, P. Lochyński, G. Nawrat, Electrochemical Polishing of Austenitic Stainless Steels, *Materials*, **13**, 2557 (2020). Doi: <https://doi.org/10.3390/ma13112557>
10. H.S. Yang, W.C. Jung, M. S. Kong, The effect of electrolyte composition on the electropolishing and passivation of STS316L stainless steel for semiconductor applications, *Journal of Surface Science Engineering*, **57**, 456 (2024). Doi: <https://doi.org/10.5695/JSSE.2024.57.6.456>
11. S. Lee and J. Lai, The Effects of Electropolishing (EP) Process Parameters on Corrosion Resistance of 316L Stainless Steel, *Journal of Materials Processing Technology*, **140**, 206 (2003). Doi: [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00785-4](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00785-4)
12. S. Lee, Y. Chen, and J. Hung, The Investigation of Surface Forming Mechanisms in Electropolishing Process, *International Journal of Electrochemical Science*, **7**, 12 (2012). Doi: [https://doi.org/10.1016/S1452-3981\(23\)16561-8](https://doi.org/10.1016/S1452-3981(23)16561-8)
13. D. Landolt, Fundamental Aspects of Electropolishing, *Electrochimica Acta*, **32**, 1 (1987). Doi: [https://doi.org/10.1016/0013-4686\(87\)87001-9](https://doi.org/10.1016/0013-4686(87)87001-9)
14. G. Yang, B. Wang, K. Tawfiq, H. Wei, S. Zhou & G. Chen, Electropolishing of Surfaces: Theory and Applications, *Surface Engineering*, **33**, 1 (2016). Doi: <https://doi.org/10.1080/02670844.2016.1198452>
15. W. Han and F. Fang, Fundamental Aspects and Recent Developments in Electropolishing, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **139**, 1 (2019). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmpt.2019.05.001>

- <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2019.01.001>
16. A. Chandra, M. Sumption, and G. S. Frankel, On the Mechanism of Niobium Electropolishing, *Journal of The Electrochemical Society*, **159**, C485 (2012). Doi: <https://doi.org/10.1149/2.054211jes>
 17. Y. Hou, J. Zhao, T. S. Cao, L. Zhang, X. M. Meng, Z. P. Zhang, and C. Q. Cheng, Improvement on the pitting corrosion resistance of 304 stainless steel via duplex passivation treatment, *Materials and Corrosion*, **70**, 1764 (2019). Doi: <https://doi.org/10.1002/maco.201910892>
 18. T. Xiang, K. P. Johnston, W. T. Wofford, and E. F. Gloyna, Spectroscopic Measurement of pH in Aqueous Sulfuric Acid and Ammonia from Sub- to Supercritical Conditions, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **35**, 4788 (1996). Doi: <https://doi.org/10.1021/ie960368y>
 19. Y. Xie, D. Artymowicz, P. P. Lopes, A. Aiello, D. Wang, J. L. Hart, E. Anber, M. L. Taheri, H. Zhuang, R. C. Newman, and K. Sieradzki, A percolation theory for designing corrosion-resistant alloys, *Nature Materials*, **20**, 789 (2021). Doi: <https://doi.org/10.1038/s41563-021-00920-9>
 20. M. Karri, A. Verma, J.B. Singh, S.K. Bonagani, and U.K. Goutam, Role of Chromium in Anomalous Behavior of the Passive Layer in Ni-Cr-Mo Alloys in 1 M HCl Solution, *Corrosion*, **78**, 228 (2022). Doi: <https://doi.org/10.5006/3767>
 21. P. Lochyński, S. Charazińska, E. Łyczkowska-Widłak, A. Sikora, M. Karczewski, Electrochemical Reduction of Industrial Baths Used for Electropolishing of Stainless Steel, *Advances in Materials Science and Engineering*, **3**, 1 (2018). Doi: <https://doi.org/10.1155/2018/8197202>