

다구찌 기법을 활용한 통계적·표면 분석에 따른 오스테나이트 스테인리스강의 전해연마조건 최적화 연구

황현규¹ · 김성종^{2,†}

¹목포해양대학교 대학원, 전라남도 목포시 해양대학로 91
²목포해양대학교 기관시스템공학부, 전라남도 목포시 해양대학로 91
(2022년 8월 29일 접수, 2022년 9월 17일 수정, 2022년 9월 17일 채택)

Optimization of Electropolishing Conditions with Statistical and Surface Analyses Using Taguchi Method for Austenitic Stainless Steel

Hyun-Kyu Hwang¹ and Seong-Jong Kim^{2,†}

¹Graduate school, Mokpo national maritime university, 91, Haeyangdaehak-ro, Mokpo-si, Jeollanam-do, 58628, Republic of Korea

²Division of marine engineering, Mokpo national maritime university, 91, Haeyangdaehak-ro, Mokpo-si, Jeollanam-do, 58628, Republic of Korea

(Received August 29, 2022; Revised September 17, 2022; Accepted September 17, 2022)

Electropolishing has various parameters because an electrochemical reaction is applied. Accordingly, experiments to determine factors and levels of electropolishing conditions are in progress for various materials. The purpose of this investigation was to optimize conditions for electropolishing using the taguchi method for UNS S31603. Factors such as electrolyte composition ratio, electrolyte temperature, and electropolishing process time were selected. Electropolishing was optimized using analysis of variance (ANOVA), signal-to-noise ratio (the smaller the better characteristics), and surface analysis. Results of ANOVA revealed that only the electrolyte composition ratio among factors was effective for surface roughness. As a result of statistical analysis of the signal-to-noise ratio, the highest signal-to-noise ratio was calculated under electropolishing conditions with sulfuric acid and phosphoric acid ratio of 4:6, an electrolyte temperature of 75 °C, and electropolishing process time of 7 minutes. In addition, the surface roughness after electropolishing under the above conditions was 0.121 μm, which was improved by more than 88% compared to mechanical polishing.

Keywords: Electropolishing, Surface roughness, UNS S31603, Taguchi method, SN ratio

1. 서론

오스테나이트 스테인리스강은 기계적 특성이 우수할 뿐만 아니라 부식 저항성이 우수하기 때문에 해양플랜트, 원자력 발전 그리고 석유화학산업 등에 널리 적용된다 [1]. 이는 금속표면에 얇은 크롬산화층 생성으로 내식성이 향상되기 때문이다. 그러나 표면마감처리로 널리 사용하는 기계적 연마(Mechanical polishing)는 금속 표면에 잔류응력(Residual) 유발과 레이어(Layer)를 변형시킬 수 있으며, 기계연마 시 생성된 불순물과 개재물

은 제품 사용 시 금속 표면에 눌러거나 긁혀 제품 수명에 영향을 미친다 [2]. 또한 불순물과 개재물은 해수(염소이온)환경에서 국부부식을 촉진시키는 원인으로 작용한다 [3]. 이에 따라 표면개질특성을 향상시키기 위해 양극용해기반인 전해연마공법이 개발되었다 [4]. 전해연마의 주요 목적은 표면 평활도, 재료 청정도 및 내식성 등의 개선이며, 이는 반도체 및 바이오 의료 산업에서 널리 사용된다 [5]. 그리고 전해연마는 비접촉 방식의 전기화학적 방법을 적용했기 때문에 물리적으로 단단한 재료와 복잡한 형상의 재료를 가공하는데 효과적이다 [6]. 전해연마 시 이온화 반응인 산(Mountain) 제거율은 전해액 조성비에 따른 산도, 전해액 온도, 인가전류밀도·전압 및 전해연마시간 등의 증가에 따라 촉진된다 [7].

[†]Corresponding author: ksj@mmu.ac.kr

황현규: 박사과정, 김성종: 교수

이에 따라 전해연마 매개변수에 대한 필요 이상의 수준(Level)은 오히려 금속 표면을 손상시켜 표면거칠기를 증가시킨다. 전해연마의 매개변수에 대한 적절한 수준을 선정하기 위해 통계적 분석이 필요하며, 그에 따른 신뢰성 있는 데이터는 매우 중요하다 [8]. 따라서 다양한 재료에 대하여 전해연마 요인(Factor)과 수준을 선정하기 위해 실험계획법을 적용한 통계적 분석 연구가 활발히 진행 중이다.

M. J Shin *et al.*은 Nitinol(Ni-Ti)에 대하여 전류밀도(Current density), 가공시간(Process time), 간극(Electrode gap)을 매개 변수로 하였으며, 반응치를 표면거칠기로 설정한 후 다구찌 기법을 이용하여, 신호 대 잡음비(Signal-to-noise ratio)로 최적의 가공 조건을 선정하였다 [9]. M. Mahardika *et al.*은 티타늄 재료의 복잡한 형상의 열 교환기 유체 채널(Circuit heat exchanger fluid channel)에 대하여 실제 전해연마를 실시하였다 [10]. 이 연구의 요인은 인가전압, 전해질 용액의 에탄올 농도 및 연마시간으로 선정하였으며, 다구찌 기법을 적용하여 전해연마공정을 최적화하였다. 이로부터 산업 현장에 적용가능한 공정 조건을 얻었다. T. T Kao *et al.*은 알루미늄에 대하여 인가전압, 전해질 성분비(인산, 옥살산 농도) 및 전해질 온도를 매개변수로, 양극산화 두께를 반응치로 선정하였으며, 다구찌 기법을 이용하여 최적의 양극산화공정 조건을 산출하였다 [11]. 이와 같이 다양한 금속에 대하여 전해연마공정의 통계적 분석을 적용한 최적화조건 연구는 많이 수행되었으나, 통계적 분석(다구찌 기법)과 표면분석을 융합하여 오스테나이트 스테인리스강에 대한 전해연마 최적조건산출 연구는 미비하다. 기존 연구와 같이 통계적 분석만 실시할 경우, 수치적으로 개선여부만 고려할 뿐, 표면이 평탄해지기 전의 상태인지 과도한 공정으로 표면이 손상된 직후인지 판단하기 힘든 한계가 있다. 과도한 공정으로 표면이 손상된 경우, 부동태피막이 파괴되어 오히려 내식성이 감소할 수 있다. 따라서 통계적 분석과 표면분석을 함께 진행함으로써 최적화 조건을 산출할 필요가 있다.

따라서 본 실험은 UNS S31603에 대하여 전해연마공정의 최적화조건 산출과 효율적인 실험을 위해 다구찌 방법을 적용하였으며, 실험결과는 신호 대 잡음비를 이용한 분산분석(Analysis of variance, ANOVA)을 통해 통계적으로 분석하였으며, 망소특성을 적용하였다. 또한 전해연마 후 3D 현미경과 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM)으로 표면 분석을 실시하였다.

Table 1. Chemical compositions of UNS S31603 (wt%)

Ni	Cr	Mo	C	Si	Mn	P	S	Cu	N	Fe
10.19	16.7	2.03	0.023	0.60	1.05	0.034	0.0028	0.282	0.012	Bal.

2. 실험방법

UNS S31603(316L)에 대하여 다양한 매개변수와 수준에 따라 실험계획법 중 다구찌 기법(다구찌강건설계)를 적용하여 전해연마를 수행하였다.

Table 1은 본 실험에 적용된 UNS S31603의 화학조성을 나타낸 것이며, 이는 해양산업에 널리 적용되는 오스테나이트 스테인리스강이다. 시험편 가공은 열변형을 최소화시키기 위해 냉각수가 공급되는 미세절단기를 사용하였으며, 1 cm²의 노출면적으로 가공 후 에폭시 레진으로 마운팅하였다. 마운팅 후 에머리페이퍼(Emery paper) #220으로 기계연마(Mechanical polishing)를 수행하였다. 연마 후 생성된 이물질은 아세톤으로 탈지 후 3분간 증류수에서 초음파 세척하였다. 가공된 작동전극은 히터를 이용한 가열·진공 건조기(Lab Tech, LVO-2040)에서 건조(24 hours)시킨 후 전해연마를 수행하였다. 전해연마 시 대응전극은 작동전극과 동일한 재료(UNS S31603)로 사용하였다. ASTM B912-02 규정에 준하여 양극 대 음극의 면적비를 1:1로 선정하였으며, 이는 면적비에 따라 전해연마효과가 달라지기 때문이다. 기준전극은 은/염화은(Ag/AgCl saturated 3.3 M KCl)전극으로 사용하였으며, 전기화학장비(VSP potentiostat, Biologic)를 이용한 정전류 실험으로 전해연마를 수행하였다.

실험 설계와 통계적 분석은 다구찌 기법을 활용하였다. 다구찌 기법은 제어 가능한 인자를 통해 제어할 수 없는 잡음(환경) 인자에 대한 강건 설계(Robust design)로, 최소한의 실험으로 품질 개선(표면거칠기 개선)하는 기법이다. 다구찌 기법을 적용한 이유는 완전요인설계에 비해 실험 횟수가 적어 실험시간과 비용을 감축시키기 때문이다. 또한 다구찌 기법은 신호 대 잡음비와 손실함수를 이용하여 품질불량을 최소화하며, 최적의 요인과 수준으로 품질을 개선시키는 방법이기 때문이다 [12].

본 연구에서 파라미터 설계는 직교배열표를 이용하였으며, 요인은 전해질 성분비(황산, 인산), 전해질 온도 및 전해연마시간(Process time)으로 선정하였으며, 수준은 각 요인에 대하여 3 수준으로 설정하였다. 이에 대한 상세는 Table 2에 제시하였다. 인가전류밀도는 300 mA/cm²로 작동전극과 대응전극 간극은 5 mm로 하였으며 이는 ASTM B912 규정에 기인하여 선정하였다 [13].

다구찌 기법의 손실함수는 망소특성을 적용하였으며, 실험설계 및 통계적 분석(분산분석, 신호 대 잡음비)은

Table 2. Designed control factors and levels of UNS S31603

Factors	Unit	Level		
Electrolyte (A), 95 wt% H ₂ SO ₄ : 85 wt% H ₃ PO ₄	-	1 (2:8)	2 (3:7)	3 (4:6)
Temperature (B)	°C	1 (70)	2 (75)	3 (80)
Process time (C)	Min	1 (7)	2 (9)	3 (11)

Table 3. Designed taguchi orthogonal array of UNS S31603

Row	Inner array			Outer array: Roughness, μm		
	Electrolyte, Volume ratio (H ₂ SO ₄ , H ₃ PO ₄)	Temp., °C	Process time, Min.			
	A	B	C	R1	R2	R3
1	2:8	70	7	0.279	0.338	0.228
2	2:8	75	9	0.242	0.255	0.262
3	2:8	80	11	0.183	0.176	0.229
4	3:7	70	9	0.166	0.169	0.157
5	3:7	75	11	0.268	0.179	0.214
6	3:7	80	7	0.249	0.213	0.216
7	4:6	70	11	0.175	0.213	0.164
8	4:6	75	7	0.148	0.101	0.121
9	4:6	80	9	0.171	0.155	0.132

Minitab® 21 소프트웨어를 통해 수행하였다. 전해연마 후 표면분석은 3D 분석현미경 및 주사전자현미경 (Scanning electron microscope, SEM)을 이용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Table 3은 각 조건으로 전해연마 후 표면거칠기 측정(정량적 측정)결과를 나타낸 것이며, 이는 직교배열법을 적용하여 설계하였다 [14]. 직교배열법의 목적은 거칠기에 대한 의미 없는 교호작용 데이터를 제외시키고, 의미 있는 주요효과와 교호작용을 산출하는 것이다. 본 실험의 제어인자(전해질 조성비, 온도, 연마시간)와 수준은 내부배열(Inner array)에 배치하였다. 전기화학실험 결과는 제어할 수 없는 요인(환경, 각 부위의 미세한 물성 차이 등)으로 약간의 오차가 발생하기 때문에 3회 반복실험을 수행했으며, 이에 대한 결과(R1, R2, R3)를 외부배열에 배치하였다 [15]. 또한 데이터의 신뢰성을 높이기 위해 각 조건의 결과(R1)는 전해연마 후 세 부분 데이터를 측정 후 중간 값으로 결정하였다. 다구찌 직교배열(Table 3)을 기반으로 각 요인에 대한 수준이 표면거칠기(반응치)에 미치는 영향에 대하여 통계적

분석을 수행하였다. 거칠기 값(Ra)은 0.101에서 0.338 μm 까지 다양한 분포를 나타냈으나 값의 차이는 크지 않았다.

Table 4는 각 조건에 대하여 망소특성(Smaller the better characteristics)을 적용하여 신호 대 잡음비(Signal-to-noise ratios, SN ratios)를 계산한 후 나타낸 것이다. 신호 대 잡음 비는 신호입력이 시스템에 투입될 때 이를 방해하는 노이즈가 출력에 미치는 영향을 상대적으로 계산한 것이다 [16]. 이 영향도에 따라 신호 대 잡음비를 분석하면 거칠기에 대한 최적의 품질로 가공(전해연마)할 수 있다. 다구찌 기법에서는 품질 목표치에 대하여 손실함수를 사용하여 정의하며, 손실함수는 망목특성, 망소특성 그리고 망대특성의 특성을 갖는다 [17]. 망목특성은 가공된 제품의 품질 목표치를 설정한 후 결과 값이 목표치에 근접할수록 품질이 좋은 것을 나타낸다. 망소특성은 가공된 제품의 품질 목표치가 적으면 적을수록 좋은 경우이며, 망대 특성은 목표치가 크면 클수록 좋은 경우이다. 본 실험은 표면거칠기가 작을수록 좋기 때문에 망소특성을 가지고 있다. 망소특성에 대한 신호 대 잡음비 산출은 다음과 같이 진행하였다. 망소특성의 거칠기에 대한 목표치는 0 이므로, 목표치(0)가 결과 값(y)으로부터 얼마나 떨어져 있는지 수치로 나타내기 위

Table 4. The result of signal-to-noise ratio(SN ratios) of roughness for UNS S31603

Row	Inner array			Outer array: Roughness, μm			SN ratios
	Electrolyte, Volume ratio (H_2SO_4 : H_3PO_4)	Temp., $^\circ\text{C}$	Process time, Min.	R1	R2	R3	
	A	B	C				
1	2:8	70	7	0.279	0.338	0.228	10.8961
2	2:8	75	9	0.242	0.255	0.262	11.9329
3	2:8	80	11	0.183	0.176	0.229	14.0928
4	3:7	70	9	0.166	0.169	0.157	15.6989
5	3:7	75	11	0.268	0.179	0.214	13.0201
6	3:7	80	7	0.249	0.213	0.216	12.8953
7	4:6	70	11	0.175	0.213	0.164	14.6475
8	4:6	75	7	0.148	0.101	0.121	18.0738
9	4:6	80	9	0.171	0.155	0.132	16.2776

Table 5. The result of ANOVA of SN ratios for roughness

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-value	P-value
Linear	3	0.015625	0.005208	7.14	0.030
A	1	0.015201	0.015201	20.84	0.006
B	1	0.000131	0.000131	0.18	0.690
C	1	0.000294	0.000294	0.40	0.553
Error	5	0.003647	0.000729		
Total	8	0.019272			

* $R^2 = 81.08$

(DF: Degree of freedom, Adj SS: Adjusted sums of squares, Adj MS: Adjusted mean of squares, F-value: Fisher-Snedecor distribution, P-value: Probability value)

해 식(1)을 이용하였으며 이는 다음과 같다 [18].

$$(y - 0)^2 = y^2 \quad (1)$$

망소특성에서 모든 데이터에 대한 편차제곱(y^2)의 평균을 σ^2 으로 나타내면 식(2)와 같으며, 여기서 n 은 실험 횟수를 의미한다 [19].

$$\sigma^2 = (y_1^2 + y_2^2 + \dots + y_n^2) / n \quad (2)$$

최종적으로 신호 대 잡음 비는 σ^2 의 역수로 정의하였고, 기호는 η 이며, 식(3)으로 나타낼 수 있다 [20].

$$\eta = -10 \log \{ y_1^2 + y_2^2 + \dots + y_n^2 / n \} = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \right) \quad (3)$$

전해연마 조건 중 전해질 성분비는 4:6{황산:인산,

(Level 3)}, 전해질 온도는 75°C (Level 2) 그리고 연마 시간 7분(Level 2)에서 신호 대 잡음비가 가장 크므로 이 조건에서 표면거칠기가 목표치(0)에 가장 근접함을 알 수 있다.

Table 5는 신호 대 잡음비에 대한 분산분석(Analysis of variance, ANOVA) 결과를 나타낸 것이며, 이는 세 가지 매개변수(A 요인: 전해질 성분비, B 요인: 전해질 온도, C 요인: 전해연마시간)가 표면거칠기에 대하여 상대적인 영향을 비교 분석하기 위해 수행하였다. 분산분석은 각 매개변수가 거칠기의 변동성에 미치는 기여도를 분해한 것으로 산출과정은 다음과 같다. 통계적 분석에서 편차는 반응치(표면거칠기)의 평균값과 반응치의 차이 값으로 이 값은 반응치가 평균으로부터 얼마나 떨어져있는 가를 나타내며 변동량이라고 한다 [21]. 본 실험에서 각 조건에서의 표면거칠기(y)와 모든 조건에서의 평균값(\bar{y})의 차이를 제공한 후 이를 모두 합하면,

표면거칠기의 변동량이다. 이는 식(4)로 구할 수 있으며, 이를 제곱합(Sum of squares, SS)이라 한다 [22].

$$SS = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^{n_i} (y_{ij} - \bar{\bar{y}})^2 \quad (4)$$

전체제곱합은 각 요인들의 제곱합과 오차의 제곱합을 더한 것으로 다구찌 기법에서는 교호작용을 무시했으므로 $SS_T = SS_A + SS_B + SS_C + SS_E$ 으로 산출하였다[23]. 또한 수정제곱합(Adjusted sum of square, ADJ SS)은 제곱합을 계산 순서에 상관하지 않고 산출한 것이다. 수정평균제곱합(Adjusted Mean of square, ADJ MS)은 각 요인의 수정제곱합(ADJ SS)을 자유도(Degree of freedom, DF)로 나눈 값이다. 자유도는 통계량을 추정할 때 사용되는 데이터의 정보량을 의미하며, 주어진 조건에서 자유롭게 변화할 수 있는 데이터 수이다 [24]. F-value (Fisher-Snedecor distribution)는 통계학에서 사용하는 연속 확률 분포로 각 요인의 수정제곱평균(ADJ MS)을 수정오차제곱합(Adjusted mean of square of error, ADJ MSE)으로 나눈 값이다. 이는 반응치가 각 요인과의 상관관계 여부를 판단하는 수치로 사용된다. 따라서 F-값이 클수록 반응치에 대하여 변동이 크다는 것이며, 연관성이 높은 것을 의미한다 [25]. 각 요인의 상관관계 순서는 $A > C > B$ 로 사료된다. P-value (Probability value)는 가설 검정에서 사용하는 확률 측도로, 귀무가설과 대립가설을 검정하는데 사용된다 [26]. 따라서 본 실험의 귀무가설은 매개변수가 표면거칠기에 영향을 미치는 것이며, 대립가설은 매개변수가 표면거칠기에 영향을 미치지 않다는 것이다. 계산된 P-값이 0.05 크면 요인은 95% 신뢰 구간에서 반응치에 대해 유효하지 않으며(귀무가설 기각), 0.05보다 작은 경우, 표면거칠기에 영향을 미친다는 의미이다(대립가설 기각). 본 실험에서 A 인자(전해질 성분비)만 P-값이 0.05보다 작으므로, A 인자만 표면거칠기에 유의미한 영향을 끼치는 것으로 사료된다.

Fig. 1은 신호 대 잡음비에 대하여 유효인자의 파레토 차트를 나타낸 것이다. 여기서 표준화된 영향(Standardized effect)은 효과 크기를 표준편차를 나눈 것이며, 매개변

수(요인)들을 비교할 때, 각 요인의 단위에 상관없이 서로 비교할 수 있도록 나타낸 것이다 [27]. 표준화된 효과의 파레토 차트에 설정된 2.1의 경우, 각 변동량의 간차를 이용하여 실험에 대한 오차를 산출할 수 없을 때, 설정된 값을 기준으로 각 인자들의 효과를 통계적 그래프로 유의한지 판단할 수 있다. 즉 임계선보다 큰 값을 갖는 인자의 효과는 신뢰구간 95% ($\alpha=0.05$)에서 유의하다는 의미이다. 따라서 표면거칠기는 전해질의 조성비에 대한 상관관계가 가장 높으며, 전해연마시간이 가장 낮은 상관관계로 관찰되었다.

Table 6은 표면거칠기에 대하여 신호 대 잡음비의 결과를 나타낸 것이며, 망소특성을 적용하였다. 델타(Delta) 값은 각 요인의 수준 중 최대값과 최소값의 차이로 산출된다. 이는 반응치에 대한 효과의 상대적 크기이며, 델타 값이 크다는 의미는 해당 인자가 표면거칠기에 미치는 영향이 크다는 것을 나타내는 지표이다 [15]. 이를 통해 반응치에 가장 큰 영향을 주는 인자를 판단할 수 있다. 델타 값크기의 순서는 파레토 차트에서 나타난 것과 동일하게 A (전해질), C (전해연마시간), B (온도)순으로 나타났다.

Fig. 2는 신호 대 잡음비의 주효과도를 나타낸 것이다.

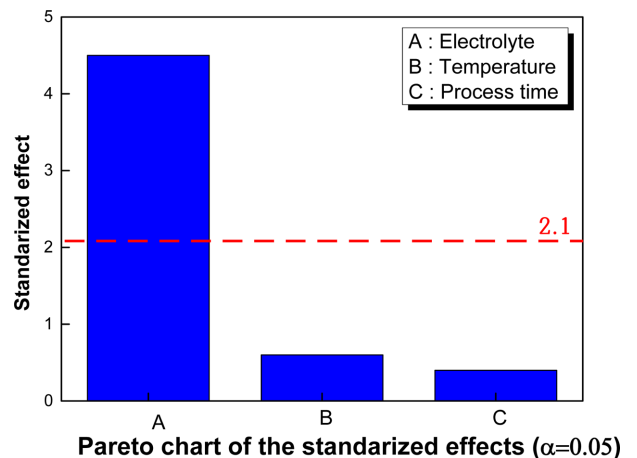


Fig. 1. Pareto chart of standardized effect for factors with SN ratios

Table 6. The result of response for SN ratios of roughness

- Smaller the Better

Level	Electrolyte, Vol%(H ₂ SO ₄)	Temperature, °C	Process time, min
1	12.31	13.75	13.96
2	13.87	14.34	14.64
3	16.33	14.42	13.92
Delta	4.02	0.67	0.72
Rank	1	3	2

이는 반응치(평균표면거칠기)에 대하여 각 요인에 대한 수준의 주효과도를 나타낸 것이다. 전해질의 수준이 증가(황산의 농도)할수록 목표치(표면거칠기 감소)에 영향이 큰 것으로 판단된다. 온도의 수준이 증가할수록 표

면거칠기는 감소하나, 그 기울기는 낮아지기 때문에 영향도는 적어지는 것을 알 수 있다. 전해연마시간의 경우, 9분에서의 값은 7분보다 크기 때문에 수준이 증가할수록 거칠기는 감소하였으나, 11분에서의 값은 오히

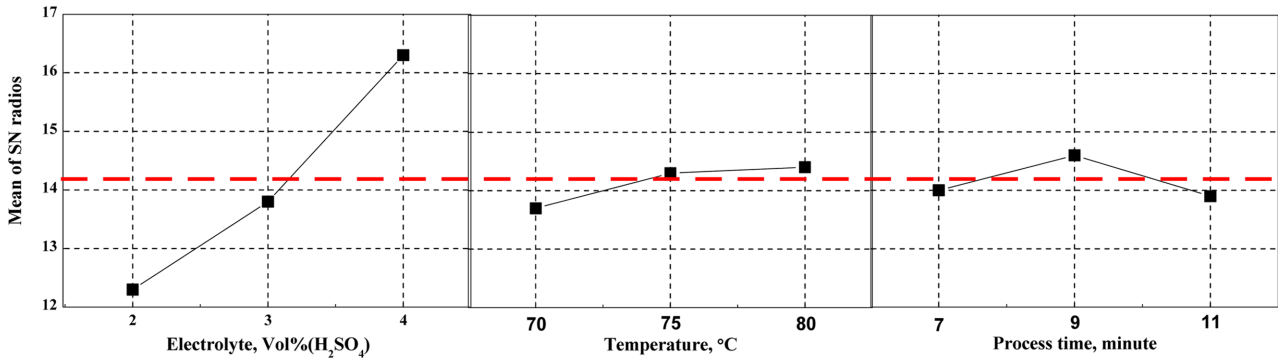


Fig. 2. Main effects plot for mean of SN ratios with surface roughness

Table 7. Optimization conditions with SN ratios for roughness

	Electrolyte, Vol%(H ₂ SO ₄)	Temperature, °C	Process time, min	SN ratios
Experimental value	4	75	7	18.07
Predicted value	4	80	9	17.05

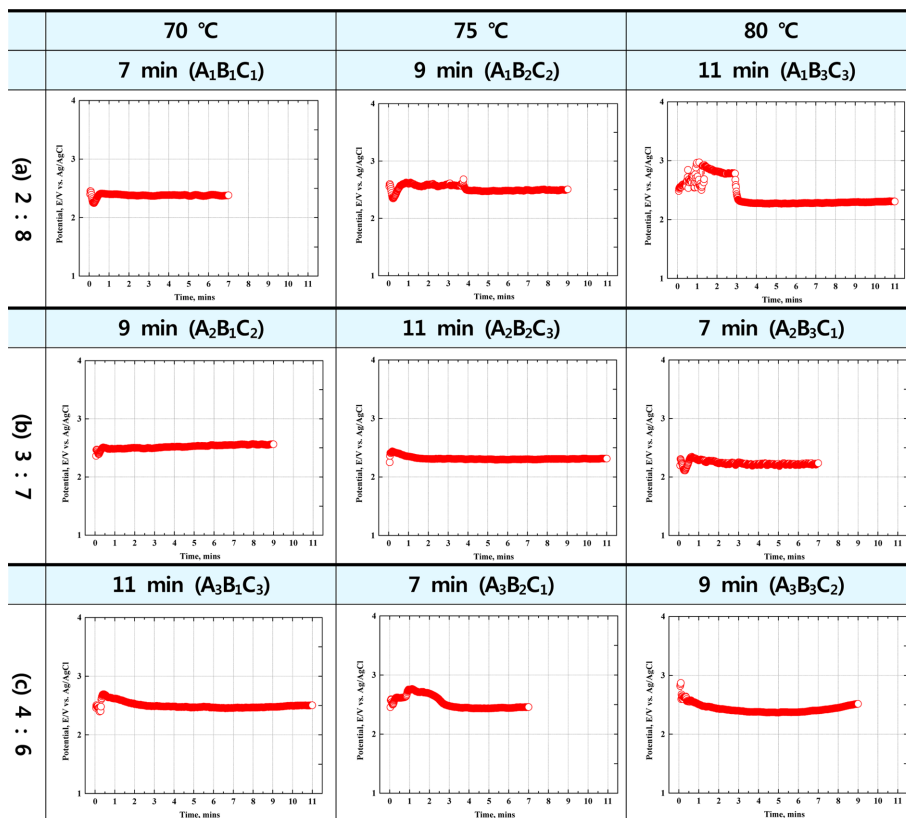


Fig. 3. Gavanostatic experiment (300 mA/cm²) for EP with Electrolyte: (a) 2:8, (b) 3:7, (c) 4:6 [Sulfuric acid(H₂SO₄): Phosphoric acid(H₃PO₄)]

려 9분보다 작아져서 거칠기는 증가하는 것을 알 수 있다. 이는 11분 동안 전해연마할 경우, 표면이 평탄해진 후에도 계속된 이온화 반응으로 오히려 거칠기가 증가된 것으로 사료된다 [28]. 결과적으로 각 인자의 수준에서 신호 대 잡음비의 비율 중 가장 큰 값을 조합한 조건이 전해연마의 최적조건이 된다. 따라서 신호 대 잡음비를 고려하면, 전해질 조성비는 4:6로, 전해질 온도는 80°C로 연마시간은 9분일 경우가 가장 클 것으로 예상되며, 이 조건에서 표면거칠기가 가장 낮게 나타날 것으로 사료된다.

Table 7은 Fig. 2의 최적조건을 바탕으로 산출한 신호 대 잡음비와 본 실험에서 산출된 신호 대 잡음비를 비교한 것이다. 본 실험의 신호 대 잡음비(Experimental value)가 예상 값(Predicted value)보다 크기 때문에 본 실험조건이 전해연마의 최적조건으로 사료된다. 이는 전해연마(전기화학실험) 결과에 따라 제어할 수 없는 요

인(환경, 각 부위의 미세한 물성 차이 등)으로 약간의 오차(노이즈)가 발생하기 때문에 신호 대 잡음비는 예상 값보다 실험값이 더 큰 것으로 사료된다. 통계적 분석 결과, 전해질 조성비가 4:6 일 때, 전해질 온도가 75°C 일 때, 연마시간이 7분일 경우, UNS S31603에 대한 전해연마의 최적조건으로 사료된다.

Fig. 3은 각 연마조건에서 연마시간 경과에 따른 전위 값을 나타낸 것이다. 본 연구에서 요인은 A(전해질 조성비), B(전해질 온도), C(전해연마시간)로 정의하였으며, 수준은 각각 1, 2, 3으로 정의하였다. 이를 바탕으로 전해질 조성비의 2 수준은 A₂로 표기하였으며, 나머지 조건도 동일패턴으로 전해연마조건을 정의하였다 [29]. 예를 들어 전해연마 조건에 대하여 전해질 조성비는 1 수준, 전해질 온도는 2 수준 그리고 연마시간은 3 수준으로 실험한 전해연마 조건은 A₁B₂C₃으로 표기하였다. A₁과 A₂ 조건에서 전위 값은 온도 증가에 따라

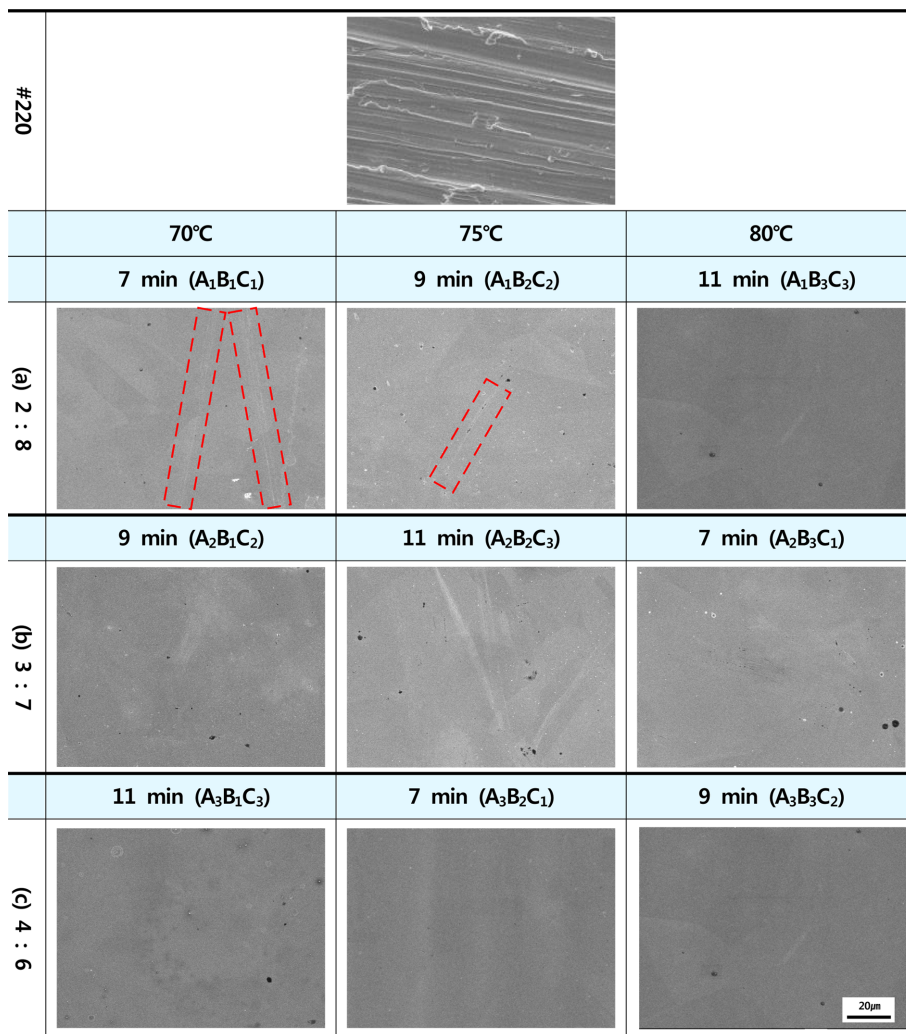


Fig. 4. Surface morphologies after EP with Electrolyte: (a) 2:8, (b) 3:7, (c) 4:6 [Sulfuric acid(H₂SO₄) : Phosphoric acid(H₃PO₄)]

불안정한 구간은 넓어졌으나, 시간 경과에 따라 전위 값은 안정되었다. 따라서 A₁과 A₂ 조건 모두 전위 값은 시간 경과에 따라 안정적인 값을 나타내어 전해연마 조건으로 적절할 것으로 사료된다. A₃ 조건에서 A₃B₁C₃과 A₃B₂C₁의 경우, 전위 값은 시간경과에 따라 안정하였으나 A₃B₃C₂에서의 전위 값은 6분부터 실험종료까지 조금씩 증가하였다. 따라서 A₃B₃C₂ 조건 외 모든 조건에서 안정적인 전해연마를 수행할 수 있는 것으로 사료된다.

Fig. 4는 각 조건에서 전해연마 후 금속 표면을 주사전자현미경으로 관찰한 결과이다. 기계연마만 실시한 조건에서는 다량의 연마 흔적(스크래치)이 관찰되었다. 다량의 스크래치는 부식에 취약하다. 그 이유는 거친 표면의 부동태 피막은 불안정하며, 스크래치의 골 부분에서 유체 흐름은 정체된다 [30]. 이에 따라 부동태피막이 파괴된 골 부분에서 부식이 발생하기 시작한다. 부식된 내부는 자기증식(Self-propagation)과정으로 양극과 음극이 분리되어 금속의 용해반응은 촉진된다 [31]. A₁B₁C₁과 A₁B₂C₂ 조건에서 충분한 전해연마공정이 이루어지지 않아 미세한 스크래치(빨간색 점선 부분)가 관찰되었다. A₁B₁C₁과 A₁B₂C₂ 외 모든 조건에서의 표면은 매끄럽게 관찰되었으며, 이는 안정적으로 전해연마공정이 수행되었기 때문이다. 따라서 주사전자현미경으로 고도화된 전해연마의 최적조건을 판단하기에는 무리가 있음을 알 수 있다.

Fig. 5는 각 조건에서 전해연마 후 금속 표면의 프로

파일과 산과 골의 높이차를 나타낸 것이다. 기계연마만 실시한 경우의 프로파일은 거친 표면을 나타내었으며, 모든 연마 조건에서의 금속표면은 높이차가 현저히 감소하였으므로 기계연마보다 매끄러운 것을 알 수 있다. A₃의 모든 수준의 전해연마 조건은 다른 조건의 수준보다 매끄러운 표면을 나타내었다. 따라서 표면분석(프로파일, 정성적 평가)을 통해 A₃ 조건이 표면거칠기 감소에 큰 영향을 끼친 것으로 사료된다. 이는 통계적 분석(신호 대 잡음비)과 일치한다. A₁ 조건에서 A₁B₁C₁은 온도와 시간이 증가할수록 표면은 평탄해지기 때문에 부식이 아닌 전해연마공정이 충분히 진행되지 않아 거친 표면을 나타낸 것으로 사료되며, A₃B₃C₂와 A₃B₂C₁이 가장 매끄러운 것으로 나타내었다. 높이차를 고려한 경우, 프로파일과 주사전자현미경으로 구분되지 않았던 전해연마의 최적조건을 알 수 있다. A₃B₂C₁에서 높이차가 가장 적게 관찰되었기 때문에 전해연마효과가 가장 높은 것으로 사료된다. 모든 연마조건에서 기계연마보다 평탄하였으나 전해연마 시 높이 차가 가장 큰 조건(A₁B₁C₁)은 가장 작은 조건(A₃B₂C₁)보다 약 4.2 배 크게 관찰되었으므로 A₃B₂C₁ 조건은 고도화된 연마조건으로 사료된다.

Fig. 6은 각 조건에서 전해연마 후 표면거칠기와 깊이 히스토그램을 나타낸 것이다. 기계연마만 실시한 경우 표면거칠기는 과도한 전해연마 조건으로 수행하면, 용해반응에 따른 부식으로 거칠기는 오히려 증가하게 된

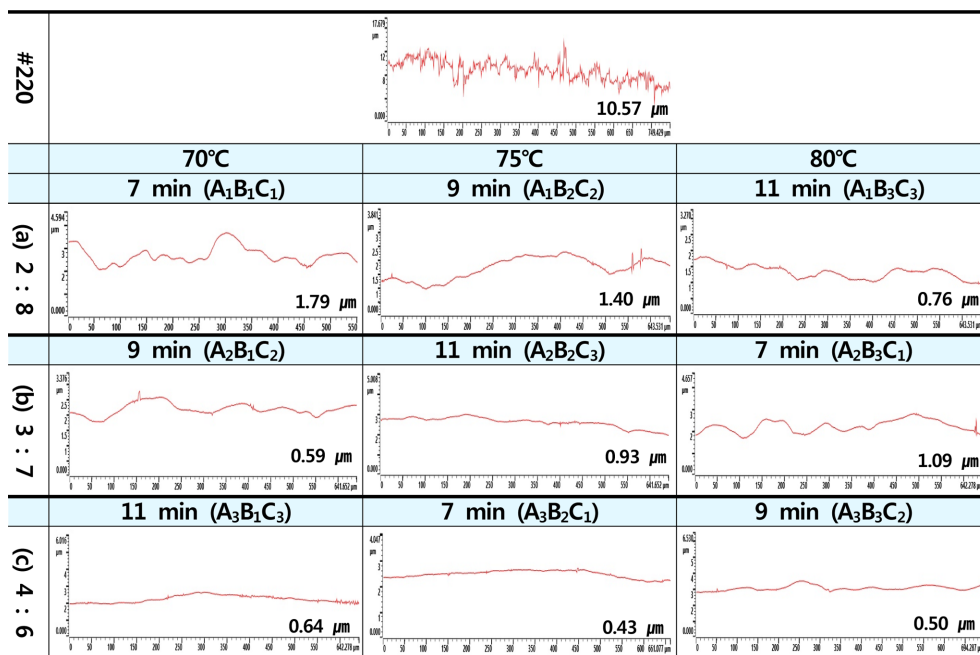


Fig. 5. Height difference between mountain and valley after EP with Electrolyte: (a) 2:8, (b) 3:7, (c) 4:6 [Sulfuric acid(H₂SO₄), Phosphoric acid(H₃PO₄)]

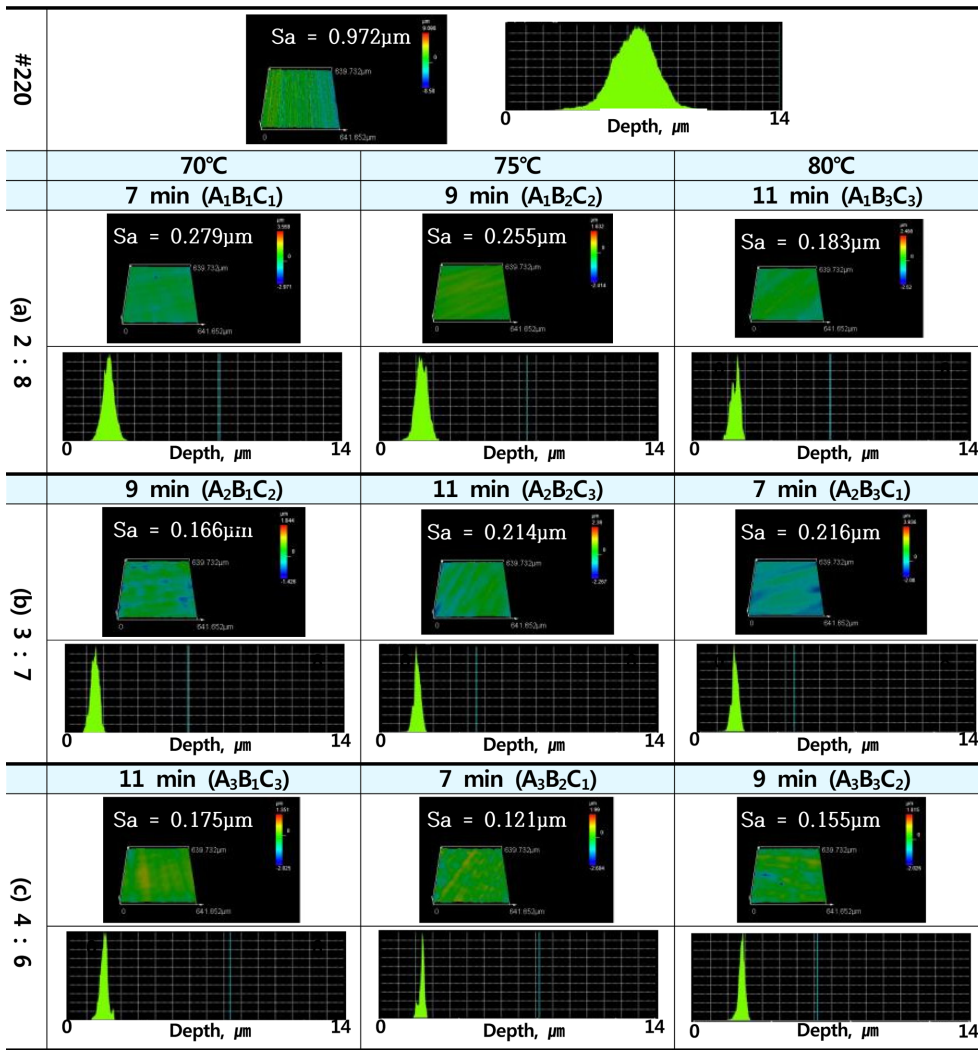


Fig. 6. 3D analysis and histogram of damaged surface after EP with : (a) 2:8, (b) 3:7, (c) 4:6 [Sulfuric acid(H₂SO₄) : Phosphoric acid(H₃PO₄)]

다 [32]. 본 연구의 모든 전해연마 조건에서 기계연마에 비해 거칠기 값이 모두 감소하였으므로, 전해연마 요인과 수준을 적절히 선정한 것으로 사료되나 A₃B₂C₁에서 표면거칠기가 가장 작아 최적의 전해연마 조건임을 알 수 있다. 전해연마 최적 조건은 깊이히스토그램으로도 분석할 수 있으며 결과는 다음과 같다. 깊이히스토그램은 깊이를 X축으로 분포된 빈도수를 Y축으로 나타낸 것으로 분포도를 그래프로 시각화하여 나타내었다 [33]. 깊이란 금속표면의 가장 높은 지점과 낮은 지점의 차이를 나타낸 것이며, 히스토그램이란 수치로 나타난 도수 분포를 그림으로 나타낸 것이다. 깊이히스토그램의 평균과 편차(평균 깊이로부터 다양한 깊이 분포를 나타내는 척도)를 통해 깊이가 분포된 경향을 알 수 있다 [34]. 깊이 평균과 편차가 작을수록 금속 표면은 평탄하다는

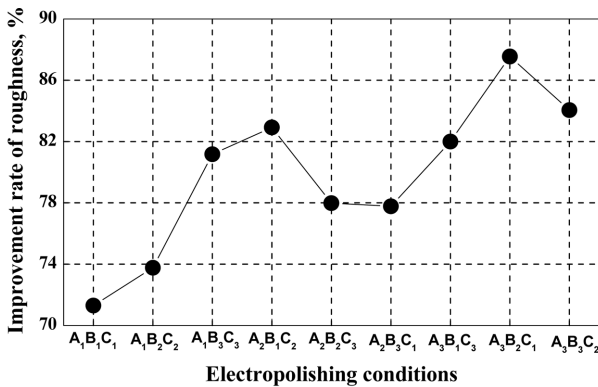
의미이다. 이를 바탕으로 전해연마는 기계연마에 비해 평균과 편차가 작아 상대적으로 매끄러운 것을 알 수 있다. 전해연마 조건 내에서 평균과 편차는 미미하여 명백히 판단할 수 없으나, A₃B₂C₁ 조건에서 편차가 다른 조건에 비해 작기 때문에 최적 조건임을 알 수 있다.

Fig. 7은 각 조건에서 전해연마 후 표면거칠기 개선율을 그래프로 나타낸 것이다. 표면거칠기 개선율은 식 (5)로 산출하였다[35].

$$100 - \left(\frac{\text{Roughness after Electropolishing}}{\text{Roughness before Electropolishing}} \times 100 \right) \quad (5)$$

= Improvement rate of roughness, %

표면거칠기 개선율이 가장 큰 전해연마조건은 A₃B₂C₁로 약 88% 개선되었으며, 가장 작은 전해연마조건은



A ₁ B ₁ C ₁	A ₁ B ₂ C ₂	A ₁ B ₂ C ₂ :
2:8, 70°C, 7min	2:8, 75°C, 9min	2:8, 80°C, 11min
A ₂ B ₁ C ₂	A ₂ B ₂ C ₃	A ₂ B ₃ C ₁
3:7, 70°C, 9min	3:7, 75°C, 11min	3:7, 80°C, 7min
A ₃ B ₁ C ₃	A ₃ B ₂ C ₁	A ₃ B ₃ C ₂
4:6, 70°C, 11min	4:6, 75°C, 7min	4:6, 80°C, 9min

Fig. 7. Comparison of roughness improvement rate after EP

A₁B₁C₁로 약 71% 개선되었다. 전해연마 효과가 가장 큰 조건은 가장 작은 조건에 비해 1.2 배 증가하였다. 일반적으로 전해연마는 산도(황산 비율)가 높을수록, 전해연마시간이 길수록, 온도가 높을수록 활성용해반응에 따라 표면은 평탄해지나, 매개변수들의 교호작용으로 인해 전해연마효과는 현저히 변하기 때문에 적절한 변수들의 수준을 조합하여 전해연마를 해야 할 것으로 사료된다.

최종적으로 모든 조건에서 전해연마 시 과도한 연마에 의한 표면 손상이 없기 때문에 반응치에 대하여 민감하지 않으나, 최적조건으로 전해연마한 표면거칠기는 기계연마만 실시한 경우에 비해 약 88% 개선효과를 나타내어 고도화된 연마조건으로 사료된다. 통계적·표면 분석한 결과는 일치하였으며, 최적화된 전해연마조건은 황산과 인산 비율이 4:6인 전해질에서 75도로 7분(A₃B₂C₁) 동안 연마하는 것이 가장 적절할 것으로 사료된다. 본 연구에서 인자와 수준 선정은 전해연마의 고도화된 조건으로 적절하나, 전해연마 후 주사전자현미경으로 표면 분석한 결과, 모든 조건에서 표면광택에 따른 평탄화로 과도한 공정조건(부식)은 관찰되지 않았다. 그러나 통계적분석과 표면분석을 비교하여 최적공정을 연구한 점에서 공학적 의미가 있는 것으로 사료된다.

4. 결론

본 연구는 UNS S31603에 대하여 다구찌 기법을 이용하여 분산분석과 신호 대 잡음비를 통해 다양한 매개

변수 중 유효인자를 산출하였으며, 각 조건에서의 신호 대 잡음비와 금속표면을 비교분석하여 전해연마 최적조건을 규명하였다.

다구찌 기법으로 전해연마 후 P-값과 신호 대 잡음비의 델타값을 통한 반응치는 전해질 구성비의 인자만 유효하며, 유효 순서는 전해질 성분비 > 전해연마가공시간 > 전해질 온도로 관찰되었다.

3D 현미경 분석과 신호 대 잡음비 크기 비교 결과, 황산과 인산비율(전해질 조성비)이 4:6인 전해질에서 75°C로 7분(A₃B₂C₁)동안 연마한 조건에서 표면거칠기는 0.121 μm로 가장 작은 값을 나타냈다, 신호 대 잡음비의 값도 가장 큰 값(18)을 나타내어, 통계적 분석과 표면 분석을 통한 전해연마의 최적조건은 일치하였다.

본 연구에서 산출된 전해연마의 최적조건(A₃B₂C₁)은 기계연마의 거칠기(0.972 μm)에 비해 약 88% 개선효과를 나타내어 고도화된 전해연마 조건으로 사료된다.

References

1. H. S. Klapper, J. Stevens and G. Wiese, Pitting Corrosion Resistance of CrMn Austenitic Stainless Steel in Simulated Drilling Conditions—Role of pH, Temperature, and Chloride Concentration, *CORROSION*, **69**, 1095 (2013). Doi: <https://doi.org/10.5006/0947>
2. S. J. Lee and J. 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)
3. S. H. Kim, S. G. Lee, S. G. Choi, E. S. Lee, S. B. Choi and C. H. Lee, A Study on the Characteristics of Micro Electropolishing for Stainless Steel, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **85**, 2313 (2016). Doi: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.328-330.474>
4. J. Jeykrishnan, B. Vijaya Ramnath, C. Elanchezian and S. Akilesh, Parametric analysis on Electro-chemical machining of SKD-12 tool steel, *Materials Today: Proceedings*, **4**, 3760 (2017). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.02.272>
5. SEMI F19-95, Specification for the Finish of the Wetted Surface of Electropolished 316L Stainless Steel Components.
6. S. S. Joshi and D. Marla, Electrochemical Micromachining, *Elsevier*, **11**, 373 (2014). Doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.01108-0>
7. S. C. Tam, N. L. Loh, C. P. A. Mah and N. H. Loh, Elec-

- trochemical polishing of biomedical titanium orifice rings, *Journal of Materials Processing Technology*, **35**, 83 (1992). Doi: [https://doi.org/10.1016/0924-0136\(92\)90303-A](https://doi.org/10.1016/0924-0136(92)90303-A)
8. C. C. Lin and C. C. Hu, Electropolishing of 304 stainless steel: Surface roughness control using experimental design strategies and a summarized electropolishing model, *Electrochimica Acta*, **53**, 3356 (2008). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2007.11.075>
 9. M. J. Shin, S. Y. Baek and E. S. Lee, A Study for Improving Surface Roughness of Nitinol Shape Memory Alloy in Micro-Electropolishing by Taguchi Method, *Korean Society for Precision Engineering*, **2007a**, 273 (2007). Doi: <https://koreascience.kr/article/CFKO200717054765065.page>
 10. M. Muslim, A. S. Martin, S. Tutik, M. Norihisa and S. P. Gunawan, Electropolishing Parametric Optimization of Surface Quality for the Fabrication of a Titanium Micro-channel Using the Taguchi Method, *Machines*, **9**, 325 (2021). Doi: <https://doi.org/10.3390/machines9120325>
 11. T. T. Kao, T. K. Liu and Y. W. Tsai, Optimization of anodizing process parameters for the volume expansion of anodic aluminum oxide film by taguchi method, *ICCA*, 590 (2014). Doi: <https://doi.org/10.1109/ICCA.2014.6870985>
 12. S. Moon and S. Kim, Design Optimization of Earth Retaining Walls Using the Taguchi Method, *Korean Journal of Construction Engineering and Management*, **18**, 83 (2017). Doi: <https://doi.org/10.6106/KJCEM.2017.18.1.083>
 13. ASTM B912, Standard Specification for Passivation of Stainless Steels Using Electropolishing (2018). Doi: <https://www.astm.org/b0912-02r18.html>
 14. K. H. Jung, Investigation on the Prediction of Electrochemical and Mechanical Characteristics of Stainless Steel for Marine Environments using Machine Learning and Experimental Design, A thesis for a doctorate, Mokpo National Maritime University (2020).
 15. S. B. Lee, Minitab example-driven design of experiments, *ERETECH*, 9 (2018).
 16. J. Joseph, Pignatiello and JR, An Overview of the Strategy and Tactics of Taguchi, *IIE Transactions*, **20**, 247 (2007). Doi: <https://doi.org/10.1080/07408178808966177>
 17. S. Rohith, N. Mohan, L. Avinash, P. G. C. Manjunath, Y. P. Danil, G. Khaled, V. S. P. Raghupatruni and W. Szymon, Experimental investigation of selective laser melting parameters for higher surface quality and microhardness properties: taguchi and super ranking concept approaches, *Journal of Materials Research and Technology*, **14**, 2586 (2021). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.07.144>
 18. K. L. TSUI, An overview of Taguchi method and newly developed statistical methods for robust design, *IIE Transactions*, **24**, 44 (2007). Doi: <https://doi.org/10.1080/07408179208964244>
 19. V. Verma and R. Sahu, Process parameter optimization of die-sinking EDM on Titanium grade – V alloy (Ti6Al4V) using full factorial design approach, *Materials Today: Proceedings*, **4**, 1893 (2017). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.02.034>
 20. J. A. Ghani, I. A. Choudhury and H. H. Hassan, Application of Taguchi method in the optimization of end milling parameters, *Journal of Materials Processing Technology*, **145**, 84 (2004). Doi: [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00865-3](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00865-3)
 21. T. Taner and J. Antony, Applying Taguchi methods to health care, *Leadership in Health Services*, **19**, 26 (2006). Doi: <https://doi.org/10.1108/13660750610643831>
 22. G. Taguchi, Introduction to quality engineering: designing quality into products and processes (1986).
 23. D. Brent, T. A. Saunders, F. G. Moreno, and P. Tyagi, Taguchi Design of Experiment for the Optimization of Electrochemical Polishing of Metal Additive Manufacturing Components., *Proceedings of the ASME 2016 International Mechanical Engineering Congress and Exposition*. **2**, 1 (2016). Doi: <https://doi.org/10.1115/IMECE2016-67492>
 24. K. H. Jung and S. J. Kim, Prediction of Pitting Corrosion Characteristics of AL-6XN Steel with Sensitization and Environmental Variables Using Multiple Linear Regression Method, *Corrosion Science and Technology*, **19**, 302 (2020). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2020.19.6.302>
 25. M. Datta and D. Landolt, Fundamental aspects and applications of electrochemical microfabrication, *Electrochimica Acta*, **45**, 2535 (2000). Doi: [https://doi.org/10.1016/S0013-4686\(00\)00350-9](https://doi.org/10.1016/S0013-4686(00)00350-9)
 26. S. G. Nahm, Understanding Effect Sizes, *Hanyang Medical Reviews*, **35**, 40 (2015). Doi: <http://dx.doi.org/10.7599/hmr.2015.35.1.40>
 27. T. Baguley, Standardized or simple effect size: What should be reported?, *British Journal of Psychology*, **100**, 603 (2011). Doi: <https://doi.org/10.1348/000712608X377117>
 28. H. K. Hwang and S. J. Kim, Electrochemical Properties of Austenitic Stainless Steel with Initial Delay Time and Surface Roughness in Electropolishing Solution, *Corrosion Science and Technology*, **21**, 158 (2022). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2022.21.2.158>
 29. S. H. Kim, S. H. Lee, J. H. Cho, D. H. Lim, J. S. Choi and

- C. H. Park, Process Optimization for Life Extension of Electropolishing Solution using Half Round Bus Bar, *The Korean Institute of Surface Engineering*, **49**, 447 (2016). Doi: <https://doi.org/10.5695/JKISE.2016.49.5.447>
30. D. Gopi, D. Rajeswari, S. Ramya, M. Sekar, Pramod. R, Jishnu Dwivedi, L. Kavitha, R. Ramaseshan, Enhanced corrosion resistance of strontium hydroxyapatite coating on electron beam treated surgical grade stainless steel, *Applied Surface Science*, **286**, 83 (2013). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.09.023>
31. A. Farjami, H. Yousefnia, Z. S. Seyedraoufi and Y. Shajari, Investigation of Inhibitive Effects of 2-Mercaptobenzimidazole (2-MBI) and Polyethyleneimine (PEI) on Pitting Corrosion of Austenitic Stainless Steel, *Journal of Bio-and Tribo-Corrosion*, **6**, 1 (2020). Doi: <https://doi.org/10.1007/s40735-020-00397-0>
32. J. M. Park, and W. C. Kim, Effect of Electropolishing Process on Corrosion Resistance of Co-Cr Alloy, *Journal of the Korean institute of surface engineering*, **43**, 199 (2010). Doi: <https://doi.org/10.5695/JKISE.2010.43.4.199>
33. S. Y. Li, J. Y. Jeon and Y. T Kho, Statistical Approach to Underground Corrosion of Carbon Steel Pipeline, *Corrosion Science and Technology*, **31**, 461 (2002). Doi: <https://www.j-cst.org/data/issue/CST/C000106/C00010600461.pdf>
34. D. H. Shin, S. J. Kim, Corrosion Characteristics of 316L Stainless Steel with Chloride Concentrations in Cathode Operating Conditions of Metallic Bipolar Plate for PEMFC, *Corrosion Science and Technology*, **20**, 435 (2021). Doi: <https://doi.org/10.14773/cst.2021.20.6.435>
35. S. H. Kim, Process Optimization for Life Extension of Electropolishing Solution for Semiconductor Piping Tube, A thesis for a doctorate, Kwangwoon University (2016).