

【研究論文】

【平成29年度 県単研究】

製造現場で可能な洗浄度評価方法の開発

宮本 達也, 阿部 一彦
材料開発・分析技術部

製造現場で可能な、簡便かつ定量的な洗浄度評価方法として、接触角法に注目した。携帯型と机上型それぞれの接触角計を用いて測定を行い、検討を行った。机上型と同様、携帯型接触角計での洗浄度の評価が可能なこと、接触角測定から清浄度の評価を行うには、数値のばらつきを考慮して、測定箇所を増やして評価を行う必要があることを確認した。

キーワード: 洗浄度評価, 接触角, 携帯

1 緒言

洗浄は産業分野の基盤技術である。昨今、携帯機器用部品や自動車用部品などの要求清浄度が精密洗浄レベル¹⁾まで向上しており、洗浄工程の重要性は増している。また、当センターへの技術相談においても、洗浄不良による製品・部品の不具合に関する相談、あるいは洗浄方法の切り替えに関する相談が目立つ。当センターでは、これまで洗浄技術に関する研究を実施しており、洗浄度評価技術および水系洗浄技術における知見が蓄積されてきた²⁾³⁾⁴⁾。

被洗浄物表面の清浄度の把握には洗浄度、すなわち洗浄前後での汚れの除去の程度の評価が不可欠である。洗浄度の評価には、現場で実施できる簡易的な方法から、各種分析機器を用いた方法がある。簡易的な方法は基本的に目視による判定であり、基本的には定量的ではない⁵⁾⁶⁾⁷⁾。また、最近では自動車や航空機、あるいは屋根、外壁などの建築材料の表面といった大型の部品においても洗浄度の評価が求められている。

ところが、大型の部品では分析機器による評価が困難である。例えば、半導体製造装置において、電解研磨～洗浄工程後の表面の清浄度が、半導体部品のそれと同等の精密洗浄レベルであることを納入先から求められている。

しかし、製造現場では簡便で定量的な洗浄度評価を実施するのは困難で、分析可能な大きさまで加工処理したテストピースを当センターで測定分析を実施しているのが現状である。

本研究では、製造現場において定量的な洗浄度評価が可能な方法を探索する。得られた知見をもとに、宮城県あるいは他地域の洗浄実施企業へ技術的支援を

行うことで、生産性・品質管理の向上に寄与することを目的とした。

2 実験方法

2.1 実験条件について

以前実施した、物理的洗浄研究⁴⁾の際の条件を参考にした。被洗浄物を金属板、落とすべき汚れを油汚れ、そして洗浄方法を超音波併用の水系洗浄と設定した。洗浄実験の条件を表1に示す。ただし、今回は、水の接触角による評価方法の検討に主眼を置くことにし、要求洗浄度の追求は行わなかった。

表1 洗浄実験の条件

被洗浄物	ステンレス板 (SUS304 : 145mm × 111mm × 0.8mm) 銅板(10mm×40mm×0.5mm)
汚れ	自然汚れ, 切削油
超音波周波数	28kHz
洗浄槽容量	500mL ビーカー
液温	室温 (25℃)
洗浄時間	洗浄液 5分 + すすぎ 5分
洗浄剤	アルカリ洗浄剤 (イオン交換水で 10 倍希釈)
洗浄度評価	接触角法による判定
洗浄の目安	接触角: 60° (一般洗浄レベル: 残存汚れ膜厚平均 3nm) ²⁾

2.2 接触角測定について

固体表面の溶媒のぬれ性を定量的に評価できる接触角法は、洗浄度評価においても有用である²⁾。今回は、製造現場での評価が可能か検討するため、携帯型接触角計((株)エキシマ製 Smart Contact Mobile:図1)と従来、ぬれ性の評価に用いていた机上型の接触角計(協和界面科学(株)製 CA-X:図2)をそれぞれ用いて、データを取得し比較を行った。



図1 携帯型接触角計



図2 机上型接触角計

評価試料における洗浄後の表面測定の様子を図3、図4、図5に示す。目視では図3のように水滴の広がり方が確認できる。携帯型の方が水滴の大きさ(量)が大きいことがわかる。接触角計での画面では、携帯型、机上型それぞれ図4、図5のように表示される。携帯型の画面はスマートフォン端末を利用したものである。そこで水滴は図4のように最大拡大表示を行う必要があり、測定にはある程度の慣れが必要である。一方、図5での水滴は大型のモニターに拡大表示されるため、測定は比較的容易である。

3 実験結果

まず、評価試料上の自然汚れの洗浄結果について

述べる。図6にステンレス板上の自然汚れを洗浄した後の接触角測定結果を示す。洗浄前の接触角 $80^{\circ} \sim 90^{\circ}$ に対して、洗浄後では携帯型で平均 28° 、机上型で平均 45° となった。机上型の方が大きな数値を示している。

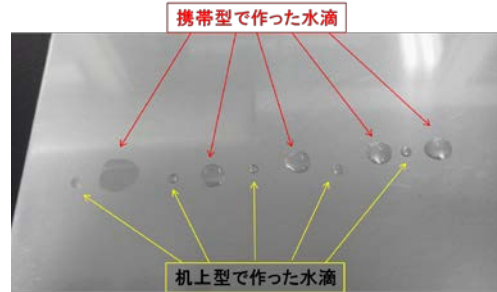


図3 評価試料(ステンレス板)の洗浄後の接触角測定

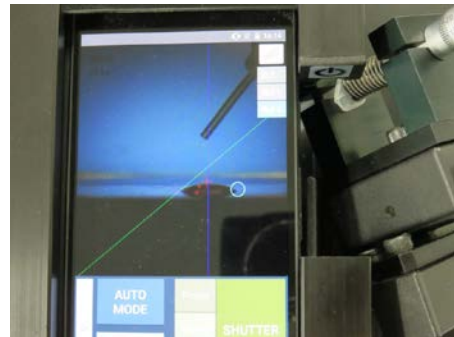


図4 評価試料の接触角画面表示(携帯型)



図5 評価試料の接触角画面表示(机上型)

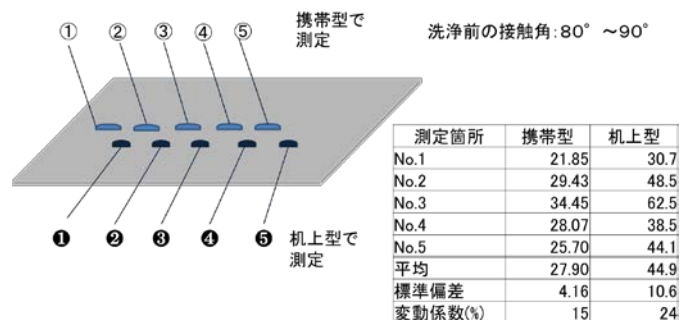


図6 洗浄後の接触角測定結果(ステンレス板)

図7に図6と同様に銅板上の自然汚れを洗浄した後の接触角測定結果を示す。洗浄前の接触角 $90^{\circ} \sim 100^{\circ}$ に対して、洗浄後では携帯型で平均 22° 、机上型で平均 30° となった。ステンレス板での測定と同様に、机上型の方が大きな数値を示している。

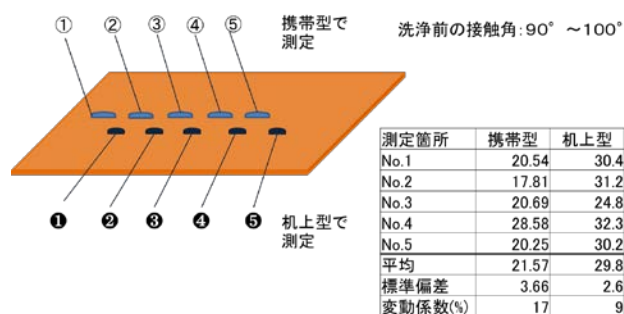


図7 洗浄後の接触角測定結果(銅板)

次に、切削油を塗布した評価試料の洗浄結果について述べる。表2、3にステンレス板、銅板それぞれの洗浄前後での接触角測定結果を示す。

表2 洗浄前後での接触角測定結果(ステンレス板)

測定箇所	洗浄前		洗浄後	
	携帯型	机上型	携帯型	机上型
No.1	94.2	91.6	39.9	64.7
No.2	95.6	96.4	43.1	67.9
No.3	91.9	98.1	60.7	67.9
No.4	90.0	96.2	55.7	71.8
No.5	91.8	95.7	55.5	68.4
平均	92.7	95.6	51.0	68.1
標準偏差	1.98	2.16	8.02	2.25
変動係数(%)	2.1	2.3	15.7	3.3

表3 洗浄前後での接触角測定結果(銅板)

測定箇所	洗浄前		洗浄後	
	携帯型	机上型	携帯型	机上型
No.1	87.3	95.2	52.1	66.1
No.2	88.2	95.1	64.3	59.4
No.3	80.5	95.2	54.8	58.4
No.4	93.4	95.5	63.5	56.4
No.5	95.2	97.8	61.7	58.7
平均	88.9	95.8	59.3	59.8
標準偏差	5.19	1.03	4.91	3.30
変動係数(%)	5.8	1.1	8.3	5.5

4 考察

洗浄前後において、それぞれの評価試料において接触角の数値のばらつきがみられた。これは、洗浄前の自然汚れあるいは塗布された切削油のむら、さらに洗浄のむらを反映していると考えられる。これに対しては、測定箇所をできるだけ増やして評価を行うことが重要である。

接触角測定に関して、机上型の方が携帯型より数値が大きく出る傾向である。これらの違いは、接触させる水滴の大きさが携帯型の方が大きいこと、水滴を水平に真横から映しているかどうか、あるいは画面の解像度の違いに関係していると考えているが、今後検討が必要である。

実際、同じ水滴を携帯型と机上型でそれぞれ測定するのは非常に困難である。特に水滴が広がる、つまり接触角が小さくなるときは、滴下する水滴の大きさを考慮して測定しなければならない。

今回は、製造現場での洗浄度評価は実施できなかったが、対象としている企業に対して、最適な洗浄条件の探索の際に実施の予定である。

5 結言

- (1) 製造現場で可能な、簡便かつ定量的な洗浄度評価方法として、接触角法に注目した。携帯型と机上型それぞれの接触角計を用いて測定を行い、検討を行った。
- (2) 接触角の数値のばらつきは、洗浄前の自然汚れあるいは塗布された油のむら、さらに洗浄のむらを反映していると考えられる。これに対しては、測定箇所をできるだけ増やして評価を行うことが必要である。
- (3) 机上型と同様に、携帯型接触角計での洗浄度の評価が可能なことを確認した。ただし、測定に関しては注意が必要である。

参考文献

- 1) 日本産業洗浄協議会編：現場で役立つ洗浄評価法，p207(2008)
- 2) 伊藤伸広，宮本達也，中塚朝夫：平成14年度宮城県産業技術総合センター研究報告No.1，p15(2002)
- 3) 伊藤伸広，宮本達也，曾根宏，荒砥孝二，中塚朝夫：平成17年度宮城県産業技術総合センター研究報告No.3，p57(2005)

- 4) 宮本達也, 阿部一彦:平成28年度宮城県産業技術総合センター研究報告No.14, p41(2016)
- 5) 大矢勝:図解入門 よくわかる最新洗浄・洗剤の基本と仕組み, p194(2011)
- 6) 三神武文, 三井由香里, 宮川俊介, 小林規矩夫:山梨県産業技術センター平成28年度研究報告No.31(2016)
- 7) 日本産業洗浄協議会洗浄技術委員会編:トコトンやさしい洗浄の本 第2版, p72(2017)