

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4367807号
(P4367807)

(45) 発行日 平成21年11月18日(2009.11.18)

(24) 登録日 平成21年9月4日(2009.9.4)

(51) Int.Cl.		F I			
B O 8 B	3/08	(2006.01)	B O 8 B	3/08	Z
C 1 1 D	7/24	(2006.01)	C 1 1 D	7/24	
C 1 1 D	7/50	(2006.01)	C 1 1 D	7/50	

請求項の数 4 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願平11-325812	(73) 特許権者	304003860
(22) 出願日	平成11年11月16日(1999.11.16)		株式会社ジャパンエナジー
(65) 公開番号	特開2001-137792(P2001-137792A)		東京都港区虎ノ門二丁目10番1号
(43) 公開日	平成13年5月22日(2001.5.22)	(74) 代理人	100090941
審査請求日	平成18年7月27日(2006.7.27)		弁理士 藤野 清也
		(74) 代理人	100096367
			弁理士 藤吉 一夫
		(74) 代理人	100076244
			弁理士 藤野 清規
		(74) 代理人	100113837
			弁理士 吉見 京子
		(74) 代理人	100127421
			弁理士 後藤 さなえ

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 洗浄方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 炭素数10～16の1環又は2環の芳香族炭化水素を95重量%以上含有する第1の洗浄剤で工業部品および製品を洗浄する第1の洗浄を行い、(B) 次いで、炭素数10～14のノルマルパラフィンを用いた95重量%以上含有し、第1の洗浄剤の5%留出温度よりも少なくとも30 低い95%留出温度を有する第2の洗浄剤で前記被洗浄物を洗浄する第2の洗浄を行い、(C) その後、被洗浄物を乾燥することを特徴とする洗浄方法。

【請求項2】

第1の洗浄剤の5%留出温度が180 以上であり、95%留出温度が315 以下であり、かつ、第2の洗浄剤の5%留出温度が110 以上であり、95%留出温度が280 以下である請求項1に記載の洗浄方法。

【請求項3】

第1の洗浄剤と第2の洗浄剤の5%留出温度と95%留出温度の差がいずれも40 以下である請求項1又は2に記載の洗浄方法。

【請求項4】

洗浄に用いた第1の洗浄剤及び/又は第2の洗浄剤を蒸留して再利用する請求項1乃至3のいずれかに記載の洗浄方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、機械部品、電気電子部品、光学部品などの洗浄方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

電気電子部品、機械部品、精密部品、光学部品などの表面に付着した汚れの除去には、従来、各種の洗浄剤が用いられている。代表的な洗浄剤である塩素系あるいはフロン系洗浄剤は、難燃性で洗浄性に優れているため多く使用されてきた。しかし、これらは、オゾン層破壊、地球温暖化の原因物質として世界的にその使用が厳しく制限されてきており、今後更に厳しく規制されるものと予想される。類似化合物のトリクレン、塩化メチレンなども用いられてきたが塩素系溶剤のため毒性が強く健康上及び環境汚染上問題がある。このため、これらに代る洗浄剤として、これまで多くの水系又は溶媒系の洗浄剤が提案されて

10

きている。近年、環境汚染が少なく安全性の高い洗浄剤としてリモネン、ピネン、ジペンテン等のテルペン類を用いた例が米国特許第4511488号明細書、特表昭63-501908号公報（米国特許第4640719号明細書及び同第4740247号明細書）等に提案されている。しかし、リモネンに代表されるテルペン類は、特定の植物に微量含まれる天然物由来の化合物であるため高価でかつ供給量に限界があるばかりでなく、使用時の耐久性に問題がある。

また、界面活性剤に苛性ソーダやオルトケイ酸ソーダなどのビルダーを配合した水系洗浄剤もある。水系洗浄剤は洗浄力が劣る上、錆発生、光学レンズについては白やけ、青やけ等の致命的な不良の原因にもなり、更に再生が難しく専用の廃液処理設備を必要とする。

20

【0003】

ピッチ（重合反応器付着物）の洗浄にN-メチルピロリドンを用いる方法が特公昭51-29195に提案されている。しかし、N-メチルピロリドンはプラスチック材料を強く劣化させるためプラスチック部分を含む対象物の洗浄には不向きであり、更に吸水性が高く経時的に劣化して洗浄力の低下、悪臭の発生、アルカリ性を示すなど問題を有している。

また、アルキルベンゼンを使用する芳香族系炭化水素系の洗浄剤が特開平6-258607号公報に、トリメチルベンゼン及びその他の特定のアルキルベンゼン混合物でリンスする方法が特許第2613755号公報に提案されている。しかし、各種アルキルベンゼン異性体を使用する方法では、アルキル基が短い場合は引火点が低く安全性に問題があり、長鎖もしくはアルキル基の数が多ければ沸点が高くなり、また混合物で沸点範囲が広くなると蒸留再生効率が低下する問題がある。また、トリメチルベンゼン混合物は軽質であるため臭気が強く洗浄の作業環境が著しく悪化する問題がある。

30

また、炭化水素系の洗浄剤で洗浄後、炭素数6以下のアルコール及びノ又はケトンで洗浄する方法が特開平6-232105号公報に提案されているが、引火点が低いため取り扱いが難しい。最近、コスト削減及び環境汚染を低減するため、洗浄剤を通常蒸留回収（再生）して繰り返し使用（リサイクル使用）されるケースが多くなっている。この蒸留回収時や洗浄時に、特に極性物質は分解或いは酸化されて洗浄力が劣化したり、爆発性の過酸化物を生成することがある。これを防止するため、酸化防止剤を添加する例が、特開平7-268391号公報に開示されている。

【0004】

40

【発明が解決しようとする課題】

以上のように従来より各種の洗浄剤及び洗浄方法が提案されているけれども、ピッチ、ワックス、松脂、油脂、機械油、グリース、ハンダフラックス、フォトレジスト、接着剤などの汚れの洗浄性、乾燥性に優れ、更にリサイクル性や作業性など環境にやさしいなど、総合的に優れた洗浄方法が依然求められている。より具体的には、

- 1 ピッチ、接着剤などの洗浄の難しい汚れの除去が可能である。
- 2 プラスチック部分などの有機材料への影響が少ない
- 3 光学レンズなどの無機材料への影響が少ない
- 4 環境保全上の問題（オゾン層破壊、地球温暖化、土壌汚染等）や制限がない
- 5 使用に際しての人体への影響、悪臭などが少ない

50

6 洗淨剤の供給上の問題が少ない

7 洗淨剤の繰り返し再利用が可能である（省資源、低コスト）

といった課題を満足する洗淨方法が求められている。

【0005】

本発明は、上述のような従来技術の持つ諸問題を解決することを課題とするものであり、汎用性の高い洗淨剤を用いながら、高い洗淨効果を示し、しかも、洗淨対象物に悪影響を及ぼさず、高い環境保全性（低公害、良好な作業環境）、洗淨剤の再生回収を含む洗淨経済性に優れた洗淨方法を提供することを課題とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明は、(A)炭素数10～16の1環又は2環の芳香族系炭化水素を95重量%以上含有する第1の洗淨剤で工業部品および製品を洗淨する第1の洗淨を行い、(B)次いで、炭素数10～14のノルマルパラフィンを95重量%以上含有し、第1の洗淨剤の5%留出温度よりも少なくとも30 低い95%留出温度を有する第2の洗淨剤で前記被洗淨物を洗淨する第2の洗淨を行い、(C)その後、被洗淨物を乾燥する洗淨方法である。更に、好ましくは、第1の洗淨剤は、5%留出温度が180 以上、95%留出温度が315 以下であり、第2の洗淨剤は、5%留出温度が110 以上であり、95%留出温度が280 以下である。また、第1の洗淨剤及び第2の洗淨剤は共に5%留出温度と95%留出温度の差が40 以下であることが好ましい。

【0007】

かかる構成とした本発明の洗淨方法は、高い洗淨性を示し、短時間で洗淨後の乾燥処理ができ、しかも、高い環境保全性（低公害、良好な作業環境）を有する。また、洗淨後の洗淨剤はそれぞれ容易に高純度で再生回収し、リサイクル使用ができるので、経済性にも優れる。用途として、自動車、機械、電子・電気機器などの部品の洗淨に有用であり、特に、光学レンズ、プリズム等の洗淨に好適である。

【0008】

【発明の実施の形態】

本願発明の第1の洗淨における第1の洗淨剤は、芳香族系炭化水素、ナフテン系炭化水素あるいはそれらの混合物を50重量%以上、好ましくは95重量%以上含有する。第1の洗淨剤は、5%留出温度180 以上、更には195 以上、95%留出温度315 以下の蒸留性状を有することが好ましく、また、5%留出温度と95%留出温度との温度差が40 以下であることが好ましい。

蒸留性状において、沸点、特に5%留出温度が低くなると、第2の洗淨剤に持ち込まれた際に第2の洗淨剤との分離が難しくなる。また、沸点、特に95%留出温度が高くなると、蒸留再生してリサイクル使用する場合、蒸留で回収しにくくなり、さもなければ再生のコストが高くなるので好ましくない。更に、沸点範囲、すなわち5%留出温度と95%留出温度との温度差を40 以下、特に30 以下、更には10 以下にすると、蒸留再生が容易になり、回収率が向上するのでより好ましい。

【0009】

第1の洗淨剤として、芳香族系炭化水素及びナフテン系炭化水素は、何れも化合物単品を用いることもできるが、範囲を持った沸点を有するそれぞれの混合物、あるいは芳香族系炭化水素及びナフテン系炭化水素の混合物を使用できる。芳香族系炭化水素及びナフテン系炭化水素以外のものが含まれていても良いが、芳香族系炭化水素及びナフテン系炭化水素の特性を維持するためにこれらを50重量%以上、好ましくは80重量%以上、特に好ましくは95重量%以上含有する。

芳香族系炭化水素としては、炭素数10～16の1環又は2環の芳香族系炭化水素（アルキルベンゼン、ナルタレン又はアルキルナフタレン）が好ましく、更にはナルタレン及び/又はアルキルナルタレンを30重量%以上含有するものが好ましい。直鎖のアルキル基を有するアルキルベンゼンが好ましい。また、ナフテン系炭化水素としては、炭素数10～16の2環のナフテン系炭化水素、特にアルキルデカリンが好ましく使用できる。

10

20

30

40

50

【0010】

本願発明の第2の洗浄に用いる第2の洗浄剤としては、パラフィン系炭化水素を50重量%以上含有する。これらの成分は、5%留出温度110以上、95%留出温度280以下の蒸留性状を有することが好ましく、更には、5%留出温度と95%留出温度との温度差が40以下であることが好ましい。蒸留性状において、沸点、特に5%留出温度が低くなると、引火点が低くなるため、安全性、作業環境が悪くなる。また、沸点、特に95%留出温度が280を越えると、乾燥性が低下し、かつ、蒸留再生してリサイクル使用する場合、蒸留で分けにくくなり、純度が低下するか、さもなければ再生のコストが高くなるので好ましくない。更に、沸点範囲、すなわち5%留出温度と95%留出温度との温度差を40以下、特に20以下、更には10以下にすると、蒸留再生が容易になりより好ましい。

10

【0011】

パラフィン系炭化水素は、上記の蒸留性状を有する化合物の混合物、あるいは実質的に化合物単品でなるものを用いてもよい。パラフィン系炭化水素以外のものが含まれていても良いが、パラフィン系炭化水素の特性を維持するためにこれらを50重量%以上、好ましくは80重量%以上、特に好ましくは95重量%以上含有するものを使用する。

パラフィン系炭化水素としては、沸点範囲を狭く調整することができるため、分岐鎖のものよりも直鎖のもの（ノルマルパラフィン）が好ましく、更に炭素数9～15、特に炭素数10～14のノルマルパラフィンが好ましい。

【0012】

また、本発明では、上記第1の洗浄剤と、その5%留出温度よりも少なくとも30低い95%留出温度を有する第2の洗浄剤を使用する。このように本願発明の洗浄方法は、特定の沸点範囲であり、特定の分子構造の炭化水素を組み合わせて、2段階で洗浄するものである。こうすることによって、洗浄性、乾燥性がともに優れた洗浄が可能となり、更に効率よく洗浄剤をリサイクルして使用することができる。洗浄対象となる工業部品の汚染物質としては、ピッチ、ワックス、松脂、油脂、機械油、グリース、ハンダフラックス、フォトレジスト、接着剤残物等様々なものを挙げることができる。

20

【0013】

また、2種類の洗浄剤は、沸点範囲が30以上異なるため、第2の洗浄剤に第1の洗浄剤が持ち込まれても、この沸点差によって容易に蒸留分離することができるので、洗浄剤のリサイクル使用を経済的に効率よく行うことができる。第1の洗浄剤に高沸点のものを使用し、第2の洗浄剤に低沸点のものを使用しているため、第1の洗浄において高沸点洗浄剤が有している高い洗浄力を利用し、その後、第2の洗浄において高沸点洗浄剤と異なる洗浄特性を利用して汚染物質を効果的に溶解除去することができる。更に、洗浄済み部品には比較的揮発性の低沸点洗浄剤のみが付着しているため、次段階の乾燥工程を効率よく、短い時間で行うことができる。

30

なお、第1の洗浄剤と第2の洗浄剤との組み合わせは、第1の洗浄剤として芳香族系炭化水素、第2の洗浄剤としてノルマルパラフィンの組み合わせが、良好な洗浄性を示すのでより好ましい。

【0014】

本願発明の洗浄方法は、自動車、機械、電子・電気機器などの部品の洗浄に有用であるが、特に、ピッチ、研磨砥粒等により汚染された光学レンズ、プリズム等の光学部品の洗浄に好適である。このような光学部品を塩素系溶剤及び水系洗浄剤を用いて洗浄する場合、塩素系溶剤による環境問題、及び水系洗浄剤の使用から生じるレンズ表面の白やけ、青やけ、レンズの白化などの問題が懸念されていた。これに対して、本発明の洗浄方法をこのような光学部品の洗浄に適用すると、十分な洗浄効果が得られると共に、このような問題は完全に回避される。

40

【0015】

本発明の洗浄方法をレンズなどの光学部品の洗浄に適用する好ましい態様を以下に示す。芳香族系炭化水素からなる第1の洗浄剤中に研磨済みのレンズを浸して、10～70程

50

度で、30～150秒間程度超音波洗浄する。第1の洗浄を行ったレンズを取り出し、パラフィン系炭化水素からなる第2の洗浄剤中に前記レンズを浸して、第1の洗浄と同じ範囲の温度、時間で超音波洗浄する。第1の洗浄後、第2の洗浄剤に浸す前に、レンズに付着する第1の洗浄剤を乾燥させることなく一部分を除去しておくことが後続の処理工程の負担を軽くする上で好ましい。こうして、洗浄後各洗浄液の汚れ具合を観察して洗浄液を交換し、汚れたものは蒸留再生して汚染物質を分離し、洗浄液は回収してリサイクル使用する。洗浄と蒸留はそれぞれバッチで処理してもよいし、両処理について、プロセス的にループを組んで連続的に処理することもできる。

第2の洗浄後、レンズから洗浄剤を除去する必要があるが、周知の乾燥手段を適宜選択して容易に乾燥除去することができる。第2の洗浄剤は、沸点範囲が比較的低い炭化水素を使用することから、例えば、50程度(40～70)の温風を数分間(1～5分)当てただけで充分乾燥することができる。

【0016】

本発明の洗浄方法で使用する各洗浄剤は、本発明の効果を損なわない限り、他の洗浄剤、各種の添加剤を配合することができる。他の洗浄剤成分、特に第1の洗浄剤に有用な成分としては、本発明で特定する炭化水素以外の炭化水素、各種のアルコール、ケトン、エステル、ポリエーテル、塩素を含有しないハイドロフルオロカーボン、N-メチルピロリドン、シクロヘキサノンなどが挙げられる。また、添加剤としては、酸化防止剤、殺菌剤、防黴剤、防錆剤、界面活性剤などが挙げられる。

【0017】

【実施例】

以下、実施例に基づいて本発明をより具体的に説明する。

洗浄剤として、芳香族系洗浄剤1～2、ナフテン系洗浄剤1～2、パラフィン系洗浄剤1～3、市販灯油及びN-メチルピロリドン(沸点:202)を用いた。これらの洗浄剤の性状を表1に示す。なお、芳香族系洗浄剤1は、ナフタレンを14重量%、メチルナフタレンを23重量%、炭素数10のアルキルベンゼンを10重量%、炭素数11のアルキルベンゼンを26重量%、炭素数12のアルキルベンゼンを13重量%含有する。芳香族系洗浄剤2は、ジメチルナフタレンを34重量%、炭素数13のアルキルナフタレンを47重量%、炭素数14のアルキルナフタレンを4重量%含有する。

【0018】

【表1】

10

20

30

洗浄対象物（被洗浄物）としては、ピッチ（九重電気（株）製、K級3号）を溶解した30%濃度トルエン溶液に光学ガラスを浸し、室温で乾燥することで、均一なピッチを付着させた光学ガラスを用いた。この洗浄対象物を表2に示す第1の洗浄剤及び第2の洗浄剤を用い、以下の手順で洗浄した。

【0020】

【表2】

		洗浄剤		洗浄剤の沸点差		洗浄性	蒸留再生回収性	
		第1の洗浄剤	第2の洗浄剤	(注1)	(注2)		第1の洗浄剤	第2の洗浄剤
		第1槽	第2槽				第1槽	第2槽
実施例	1	芳香族系洗浄剤1	パラフィン系洗浄剤1	24	34	○	○	○
	2	芳香族系洗浄剤2	パラフィン系洗浄剤2	34	39	○	○	○
	3	芳香族系洗浄剤1	パラフィン系洗浄剤3	55	67	○	○	○
	4	ナフテン系洗浄剤1	パラフィン系洗浄剤1	37	40以上	○	○	○
比較例	1	パラフィン系洗浄剤1	パラフィン系洗浄剤2	-60	-57	×	○	○
	2	パラフィン系洗浄剤3	パラフィン系洗浄剤1	-39	-35	×	×	○
	3	市販灯油	パラフィン系洗浄剤3	11	26	○	×	○
	4	市販灯油	ナフテン系洗浄剤2	-132	-82以下	○	×	×
	5	N-メチルピロリドン	パラフィン系洗浄剤1	29	32	×	×	×

注1：（第1の洗浄剤の初留点）－（第2の洗浄剤の終点）

注2：（第1の洗浄剤の5%留出温度）－（第2の洗浄剤の95%留出温度）

注3：蒸留再生によりN-メチルピロリドンが劣化した

【0021】

この洗浄対象物をまず第1の洗浄として第1の洗浄剤が充填された第1の洗浄槽に浸して洗浄した。第1の洗浄は、液温30℃で超音波照射下に120秒間行った。次いで、第1の洗浄槽から取り出した洗浄対象物を第2の洗浄として第2の洗浄剤が充填された第2の洗浄槽に浸して洗浄した。第2の洗浄は、液温30℃で超音波照射下に60秒間行った。第2の洗浄槽から取り出した洗浄対象物を、10分間立てて静置後、温風乾燥機（60、2分間）で第2の洗浄剤を蒸散除去し乾燥した。

洗浄・乾燥後に、ガラス表面を肉眼により観察し、ピッチの痕跡が全く認められないものを○、少しでも痕跡のあるものを×として洗浄性を評価した。この評価結果を表2に併せて示した。

【0022】

上述の洗浄試験を行った後、使用済み洗浄剤を蒸留再生機（東静電気（株）製、トスクリーンDE-101E）にかけて蒸留再生を行い、蒸留再生回収性を評価した。第1の洗浄剤の蒸留再生については、洗浄対象物に付着していた汚染物質が第1の洗浄剤から分離できる場合を○、分離できない場合を×として評価し、また、第2の洗浄剤の蒸留再生については、洗浄対象物に同伴された第1の洗浄剤が第2の洗浄剤から分離できる場合を○、分離できない場合を×として評価した。この蒸留再生回収性の評価結果を表2に併せて示した。

【0023】

表2の評価結果から、本発明の洗浄方法（実施例1～4）は、洗浄性及び蒸留再生回収性

10

20

30

40

50

共に満足されるものであった。一方、本発明の要件を欠く比較例 1 ~ 5 は、洗浄性及び蒸留再生回収性が共に悪いが、少なくともいずれかは満足できる結果を得ることができなかった。

【 0 0 2 4 】

【発明の効果】

本発明は、特定の炭化水素からなる異なる種類の洗浄剤を特定の順序で使用する洗浄方法である。このため、高い環境保全性（低公害及び良好な作業環境）を有しながら、優れた洗浄性を示し、かつ、使用済み洗浄剤を容易に蒸留して再生使用できるので経済性にも優れる。各種の工業部品、製品の洗浄に、特にレンズ等の光学部品の洗浄に好適に用いることができる。

フロントページの続き

- (72)発明者 岡田 知巳
埼玉県戸田市新曽南三丁目17番35号 株式会社ジャパンエナジー内
- (72)発明者 松下 景太
埼玉県戸田市新曽南三丁目17番35号 株式会社ジャパンエナジー内
- (72)発明者 三村 康也
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号 日鉱石油化学株式会社内

審査官 長谷井 雅昭

- (56)参考文献 特開平09-291300(JP,A)
特開平10-330794(JP,A)
特開平07-268391(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B08B 3/00-3/14
C11D 1/00-19/00