(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[6]
C11D 7/50

(45) 공고일자 1997년02월04일
(11) 공고번호 특1997-0001233

(21) 출원번호	특1996-0700738	(65) 공개번호	특1992-0701412
(22) 출원일자	1996년02월10일	(43) 공개일자	1992년08월11일
(86) 국제출원번호	PCT/JP 91/00359	(87) 국제공개번호	WO 92/701412
(86) 국제출원일자	1991년03월15일	(87) 국제공개일자	1992년08월11일

(30) 우선권주장 제90-065837 1990년03월16일 일본(JP)

(73) 특허권자 가부시키가이샤 도시바 사토 후미오
일본국 가나가와켄 가와사키시 사이와이쿠 호리카와초 72반치져판 필드
가부시키가이샤 우치노 마사히데
일본국 도쿄도 네리마쿠 오이즈미가쿠엔 마치 7-20-2
(72) 발명자 이나다 미노루
일본국 가나가와켄 요코하마시 이소고쿠 시오미다이 2-2513-1321
가부키 키미아키
일본국 도쿄도 오타쿠 신카마타 2-19-10
이마조 야스타카
일본국 도쿄도 하치오지시 마츠가야 33-8
야기 노리아키
일본국 가나가와켄 요코하마시 도츠카쿠 도츠카초 2121-D103
사이토 노부히로
일본국 군마켄 오타시 토리야마 908-10
(74) 대리인 김명신, 강성구

심사관 : 박용순 (책자공보 제4801호)

(54) 세정방법 및 세정장치

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

세정방법 및 세정장치

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명의 하나의 실시예 세정장치의 구성을 나타내는 도면이고,

제2도는 본 발명의 다른 세정장치의 구성을 나타내는 도면이다.

[발명의 상세한 설명]

[기술분야]

본 발명은 플론 113과 같은 플론계 용제, 염소계 용제, 저급 알콜류를 대신한 비수계 세정제를 이용한 세정방법 및 세정장치에 관한 것이다.

[배경기술]

금속부품, 도금부품, 도장부품, 전자부품, 반도체부품 등의 수세후 건조방법으로는 플론 113으로 대표되는 플론계 용제를 수분제거 세정제로서 사용하는 방법이 일반적이다. 또한, 상기 플론계 용제나 트리클로로에탄, 트리클로로에틸렌, 테트라클로로에틸렌, 사염화탄소 등의 유기 용제는 기름때 등을 제거하기 위한 세정제로도 폭넓게 사용되고 있다.

그러나, 최근 플론의 방출이 오존층 파괴에 관계가 있어 인체나 생물계에 심각한 영향을 끼치고 있

음이 분명해졌기 때문에 오존파괴 계수가 높은 플론 12나 플론 113 등은 세계적인 규모로 단계적으로 사용을 삭감하고, 장래에는 전폐하는 방향으로 나아가고 있다. 또 트리클로로에틸렌이나 테트라클로로에틸렌 등의 염소계 유기 용제도 토양이나 지하수 등을 오염시키는 등 환경문제에 악영향을 끼쳐서 사용규제가 강화되는 방향으로 나아가고 있다. 이와같은 상황하에서 지금의 플론계 용제보다 오존파괴 계수가 낮은 플론계 물질이 개발되고 있으며, 이미 공업적 생산이 일부에서 진척되고 있지만 이것도 오존층 파괴와 관계가 있기 때문에, 바람직한 대체 세정제로는 적합하지 않다.

그러한 점에서, 상기한 바와같은 유기 용제류에 의한 탈지 세정제의 대체품으로서 환경파괴나 환경오염을 유발시키지 않는 계면활성제나 친수성 용제 등을 이용한 수계의 세정제가 재고되고 있다. 그러나, 이와같은 세정제는 침투력이 약해서 예를 들면, 부품 세부에 침입한 오물이나 중점도에서 고점도로 달라붙은 기름때에 대해서는 충분한 세정력을 발휘할 수 없다는 문제가 있다. 또한, 유기 용제계에 의한 수분제거 세정제의 대체품으로서 각종 계면활성제를 사용한 세정제 등이 검토되고 있지만, 플론계 용제에 필적될만한 수분제거 효과를 얻을 수 없다. 또한, 상기 유기 용제계 세정제를 수분제거 세정제로서 사용할 경우 세정제의 비중이 커지고, 유지는 물론 물도 세정제상에 떠올라서 기름과 물이 서로 접촉한 형태로 세정제로부터 분리된다. 이와 같이 서로 접촉하고 있는 기름과 물에 대해서는 이들을 따로따로 빼내는 것이 곤란하고, 또한 기름과 물 각각의 폐기방법도 달라지기 때문에 폐액처리시에도 문제가 발생한다. 그리고 계면활성제 등을 사용한 세정제는 물과의 상용성이 높기 때문에 이들 세정제를 분리 정제하여 재사용하는 것은 매우 어렵다.

한편, 종래의 세정제를 사용한 세정장치에 있어서는 침지세정, 기화세정, 샤워세정 등의 각종 세정공정을 일괄하는 기구를 채용하여 세정효과를 높이는 것도 행해지고 있지만, 어디까지나 단일 종류의 세정제를 사용하는 것이 전제로 되어 있다. 이것은 복수의 세정제를 일련의 세정공정내에서 사용하면 세정제의 회수, 재사용이 곤란해지기 때문이다. 이것은 예를 들면 단독으로는 발휘할 수 없는 세정효과를 복수의 세정제를 사용함에 의해 실현하도록 한 경우에 큰 장해가 된다.

상기한 바와 같이, 수분제거 세정제를 포함하는 종래의 세정제중에 플론계 용액 등의 유기 용제계 세정제는 환경파괴를 일으킨다는 중대한 결점을 가지고 있었다. 또한, 이들 유기 용제계의 대체품으로서 검토되고 있는 지금의 세정제는 충분한 효과가 발휘되지 못한다는 문제를 가지고 있었다.

한편 종래의 세정방법이나 세정장치에서는 세정제의 재이용이나, 제거한 물이나 오물질의 폐기의 면에서 어려움이 있었다. 더우기 세정제를 효율좋게 재이용하려면 서로 다른 복수의 세정제를 사용하는 것이 곤란하게 된다는 단점을 가지고 있었다.

본 발명은 상기 종래의 세정방법 및 세정장치가 안고 있는 과제에 대처하기 위한 것으로서, 본 발명의 목적을 복수의 세정제를 사용함에 있어서 세정제의 재이용을 가능하게 한 세정방법 및 세정장치를 제공하는 것이다.

또한, 본 발명의 다른 목적은 피세정물에서 제거나 물이나 오물질을 효율좋게 폐기하는 것을 가능하게 한 세정방법 및 세정장치를 제공하는 것이다. 본 발명의 또 다른 목적은 플론계 용제 등을 사용한 세정에 필적하는 세정성, 수치환성, 건조성 등을 얻을 수 있는 세정방법 및 세정장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

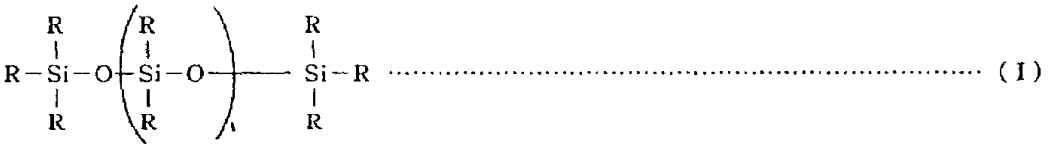
[발명의 개시]

즉, 본 발명의 세정방법은 기초 세정제에 세정성능 향상제를 첨가한 세정제로 피세정물을 세정하는 제1세정공정과, 이 제1세정공정을 거친 상기 피세정물을 상기 기초 세정제로 세정하는 제2세정공정을 가지는 점을 특징으로 한다.

본 발명의 제1세정공정에서 사용되는 세정제로는 예를 들면 수분의 분리를 가능하게 하는 수분 제거 세정제나 기름때의 제거에 사용되는 탈지 세정제 등을 예시할 수 있다. 여기서 사용되는 기초 세정제로는 예를 들면 유기 규소제 세정제나 이소파라핀계 세정제 등의 비수계 세정제를 들 수 있다.

단 이들 이외에도 목적에 따라서 각종 세정제를 사용하는 것이 가능하다. 세정성능 향상제로는 예를 들면 상기 비수계 세정제에 첨가함으로써 세정성능이나 수분제거 성능을 부여, 향상시키는 계면활성제나 친수성용제 등을 예시할 수 있다. 또한, 본 발명의 제2세정공정은 기본적으로 상기 기초 세정제를 사용한 헹굼 세정공정이 된다. 상기 비수계 세정제로서 예시된 유기 규소 세정제로는, 하기 일반식 :

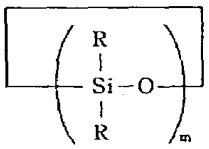
화학식 1



(I)

(식중 R은 동일 또는 다른 치환 또는 비치환의 1가 탄화수소기를, 1은 0~5의 정수를 나타냄)으로 표시되는 직쇄형 플리디오르가노 실록산 및 하기 일반식 :

화학식 2



(II)

(식중 R은 동일하거나 다른 치환 또는 비치환의 1가 탄화수소기를, m은 3~7의 정수를 나타냄)으로 표시되는 고리모양 폴리디오르가노실록산으로부터 선택된 적어도 한 종류의 저분자량 폴리오르가노실록산으로 실질적으로 이루어진 것이 예시된다.

상기 저분자량 폴리오르가노실록산은 이들 단독으로 금속부품, 전자부품, 반도체부품, 도장부품 등의 각종 피세정물의 세부까지 뛰어난 침투력을 발휘하며, 방청성을 부여하는 동시에 물과의 양호한 치환성을 나타내며, 더우기 60℃ 이하의 온풍에서 휘산, 건조성을 가지고 있다. 더구나, 상기 (Ⅰ)식으로 표시되는 직쇄형 구조를 갖는 폴리디오르가노실록산과, 상기 (Ⅱ)식으로 표시되는 고리모양 구조를 갖는 폴리디오르가노실록산과는 함께 사용하는 것도 가능하다.

상기 (Ⅰ)식 및 (Ⅱ)식중 R은 치환 또는 비치환의 1가 탄화수소기이며, 예를 들면 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 알킬기, 페닐기 등의 1가 비치환 탄화수소기나 트리플루오로메틸기 등의 1가 치환 탄화수소기 등이 예시되지만, 계의 안정성, 휘발성의 유지 등에서 메틸기가 가장 바람직스럽다. 상기 저분자량 폴리오르가노실록산으로는 고리모양의 구조를 갖는 것이 바람직스러우며, 또한 옥타메틸사이클로테트라실록산, 데카메틸사이클로펜타실록산 및 이들의 혼합물이 가장 적합하다.

또한, 상기 저분자량 폴리오르가노실록산은 분자구조를 적당히 선택함에 의해 그 세정제의 비중 Ddg가 다음의 (A)식 또는 (B)식을 만족시킬 수 있다.

WdgDdg ····· (A)

WdgDdgOdg ····· (B)

(식중 Ddg는 기초 세정제의 비중을, Wdg는 물의 비중을, Odg는 대상으로 하는 유지계 오물의 비중을 나타냄)

예를 들면, (B)식을 만족시킴으로써 물과 유지계 오물을 분리하는 것이 가능해져 세정제의 정화 및 배액처리가 용이하게 된다.

상기 이소파라핀계 세정제로는 예를 들면 탄소수가 1~30 범위의 휘발성 이소파라핀으로 실질적으로 이루어진 것을 들 수 있으며, 특히 C_3~C_{15}의 유분을 주로 하는 이소파라핀이 세정성능면에서 바람직스럽다. 이와같은 이소파라핀계 세정제는 상기 휘발성 이소파라핀의 한 종류 또는 두 종류 이상의 혼합물로서 사용된다. 이들 이소파라핀은 휘발성을 갖는 동시에 무해, 무취하며, 상기 저분자량 폴리오르가노실록산과 같은 효과를 나타낸다.

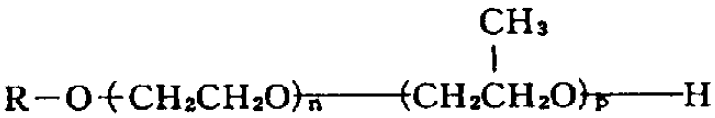
더구나 상기 기초 세정제로서 예시한 유기 규소계 세정제와 이소파라핀계 세정제는 각각 단독으로 사용가능함은 물론 이들을 혼합하여 기초 세정제로서 사용할 수도 있다. 예를 들면, 유기 규소제 세정제에 이소파라핀계 세정제를 배합하면 응고점을 커다란 폭으로 저하시키는 효과가 생겨서 한냉지에서의 사용을 용이하게 하는 동시에 세정성능의 향상도 꾀할 수 있다.

상기 기초 세정제에 첨가 배합하는 세정성능 향상제로는 상술한 바와 같이 계면활성제나 친수성 용제 등이 예시된다. 계면활성제는 활성을 발휘하는 화학구조에 의해 음이온계, 양이온계, 비이온계, 양성계 및 이들의 복합계로 분류되지만 본 발명에 있어서는 이들의 어느쪽도 사용할 수 있다. 이들 계면활성제는 특히 세정성 향상에 기여한다.

이들 계면활성제 중에 본 발명에서 바람직스럽게 사용되는 것으로는 폴리옥시알킬렌알킬에테르설폰산염, 인산에스테르 등의 음이온계 계면활성제, 다가 알콜 지방산 에스테르, 폴리옥시알킬렌 지방산 에스테르, 폴리옥시알킬렌알킬에테르 등의 비이온계 계면활성제, 이미다졸린 유도체 등의 양성 계면활성제, 알킬아민염, 알킬 제4급 암모늄염 등의 양이온계 계면활성제 등이 예시되고, 기타 단일 물질로 존재하는 것은 적지만 천연물에서 추출되는 테르펜계 화합물이나 고급 지방산 에스테르 등을 들 수 있다. 또한, 상기한 바와같은 각종 화합물의 화학구조의 일부를 불소원자나 규소원자로 치환시킨 합성화합물을 사용하는 것도 가능하다.

또한 친수성 용제로는 상기 기초 세정제에 대해 상용성을 갖는 것이 사용되고, 특히 인화점이 40℃ 이상인 것이 실제 이용상 적합하다. 이와같은 친수성 용재로는 에틸렌글리콜모노메틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노프로필에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르아세테이트, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르 등의 다가알콜과 그 유도체 등이 예시되고, 기초 세정제와의 상용성, 인체에 대한 안전성면에서 디에틸렌글리콜모노부틸에테르가 특히 바람직하다. 이들 화합물은 저분자량 폴리오르가노실록산 등과의 공존하에서 향상되기 때문에 이 배합품만으로의 수치환, 건조도 가능하다. 또 기초 세정제의 종류나 용도에 따라서는 에틸알콜과 같은 저급 알콜이나 아세톤 등을 사용하는 것도 가능하다. 또한,

화학식 3



(식중 R은 탄소수 1~12인 1가 탄화수소기를 나타내고, n 및 p는 각각 0~10의 정수이고, n+p≥1도 만족시킨다.)로 표시되는 폴리옥시알킬렌알킬에테르는 기초 세정제로서 이소파라핀계 세정제를 사용할 때에 가장 적합하다.

상기 기초 세정제 및 세정성능 향상제는 기본적으로는 제1세정공정에서는 기초 세정제에 세정성능 향상제를 첨가할 것으로서, 제2세정공정에서는 기초 세정제 단독으로 사용되지만 용도나 후공정에 따라서는 변경이 가능하다. 상기 기초 세정제와 세정성능 향상제는 용도에 따라서 각종의 조합에 의해 사용하는 것이 가능하며, 예를 들어 탈지 세정제로서 사용할때에는 기초 세정제에 계면활성제 또는 친수성 용제, 또는 이들 두가지로 배합한 것이 가장 적합하다. 기초 세정제로서 폴리오르가노실록산계 세정제를 사용할 경우에는 그것 단독으로 사용하는 것도 가능하다. 또 유기 규소계 세정제와 이소파라핀계 세정제와의 혼합물을 기초 세정제로서 사용하고, 여기에 상기 세정성능 향상제를 배합하여 사용하는 것도 가능하다. 수분제거 세정제로서 사용할때에는 기초 세정제 단독으로 사용하는 것도 가능하지만 계면활성제나 친수성 용제를 첨가하는 것이 바람직스럽다. 특히, 친수성 용제가 가장 적합하다. 또 헹굼 세정제는 기본적으로 기초 세정제 단독으로 사용하지만, 친수성 용제를 첨가하는 것도 가능하다. 후공정에 따라서는 미량의 계면활성제를 첨가하는 것이 가능하다. 또한, 제1세정공정에 있어서 기초 세정제와 제2세정공정에 있어서 기초 세정제와는 반드시 일치시킬 필요는 없고, 예를 들어 제1세정공정에서 유기 규소계 세정제를 사용하고, 제2세정공정에서 이소파라핀계 세정제를 사용하도록 하는 것도 가능하다.

또한, 기초 세정제와 세정성능 향상제는 상기한 바와 같은 각종의 조합에 의해 사용하는 것이 가능하지만 각각의 용해성을 고려하여 혼합시키는 것이 바람직하다. 예를 들면 용해도 인자(이하 SP값이라 칭함)의 차가 4 이하가 되도록 조합시키는 것이 바람직스럽다. 또한, SP값의 차가 큰 액체끼리 혼합시킬때에는 중간정도의 SP값을 갖는 액체를 혼합매체로서 배합해도 좋다.

상기 계면활성제의 배합비는 특히 한정되지는 않지만, 탈지 세정제로서 사용할때에는 기초 세정제 100중량부에 대해서 50중량부 이하가 바람직스러우며, 더욱 바람직하게는 20중량부 이하가 좋다. 또한, 수분제거 세정제로서 사용할때에는 기초 세정제 100중량부에 대해서 20중량부 이하가 바람직하며, 보다 바람직한 것은 3중량부 이하이다. 한편 친수성 용제의 배합비도 특히 한정되는 것은 아니지만 탈지 세정제로서 사용할때에는 기초 세정제 100중량부에 대해 50000중량부 이하가 바람직하며, 더욱 바람직하게는 10000중량부 이하가 좋다. 또한, 수분제거 세정제로서 사용할때에는 기초 세정제 100중량부에 대해서 100중량부 이하가 바람직하며, 보다 바람직하게는 50중량부 이하가 좋다.

본 발명의 세정방법에 있어서는, 상기한 바와 같은 세정공정후에 건조처리를 실시함으로써 세정공정이 종료된다. 이 건조처리 공정으로는 60℃ 이하라고 하는 비교적 저온에서의 온풍건조에서도 충분한 효과가 얻어진다.

또한, 온풍건조를 대신해 이소프로필알콜(이하, IPA라고 함) 등의 증기 세정제에 의한 증기건조를 행하여도 좋다. 이 증기건조에 의하면 건조 마무리상태를 보다 양호하게 할 수 있어서 정밀 세정 등에 적합하다. 또한, 본 발명의 대상이 되는 피세정물로는 금속, 세라믹, 플라스틱 등이며, 보다 구체적으로는 금속부품, 표면처리부품, 전자부품, 반도체부품, 전기부품, 정밀기계부품, 광학부룸, 유리부품, 세라믹부품 등이다.

그런데, 본 발명의 세정방법을 상기 증기세정(건조)과 조합하여 사용할 경우에는 상기 탈지 세정제 또는 수분제거 세정제에 의한 세정공정후에 기초 세정제에 의한 헹굼세정을 행하지 않고 직접 증기세정을 실시하는 것도 가능하다. 즉, 기초 세정제에 세정성능 향상제를 첨가한 세정제로 피세정물을 세정하는 공정과, 이 세정공정을 거친 피세정물을 증기건조하는 공정으로 된 세정공정을 구성하는 것도 가능하다. 또 증기세정과 조합하여 사용하는 것을 전제로 하여 피세정물 표면의 제거대상에 따라서는 기초 세정제 단독에 의한 세정만을 하는 것도 가능하다. 이들에 의한 기초 세정제와 세정성능 향상제의 조합, 또는 기초 세정제의 사용에는 상기한 바와 같다.

다음으로 본 발명의 세정장치에 대해 설명하기로 한다.

본 발명에 있어서, 제1세정장치는 예를 들면 상기 비수계 세정제 등의 기초 세정내에 세정성능 향상제를 첨가한 세정제에 의한 제1세정수단과, 상기 기초 세정제에 의한 제2세정수단을 구비하는 것을 특징으로 하고 있다. 또 제2세정수단의 뒤에는 온풍건조나 증기건조에 의한 건조수단이 설치된다. 그리고 상기 제1 및 제2세정수단에 회수된 기초 세정제와 세정성능 향상제와의 혼합물에서 기초 세정제만을 분리 회수하는 수단을 설치함으로써 복수의 세정제를 사용함에도 불구하고 세정제를 효율좋게 회수, 재이용하는 것이 가능하게 된다. 또 분리회수된 기초 세정제는 재공급수단에 의한 제1세정수단 또는 제2세정수단에 재공급된다.

또한, 제2세정장치는 수분 및 유지계 오물이 부착된 피세정물을 세정하는 장치에 있어서 수분의 비중보다 작고, 상기 유지계 오물의 비중보다 큰 비중을 갖는 비수계 세정제를 포함하는 세정제에 의한 세정수단과, 상기 세정제중에 혼입되어 상기 세정제의 아랫쪽에 침강 분리된 수분을 제거하는 수단과, 상기 세정제중에 혼입되어 상기 세정제의 윗쪽에 부상 분리된 상기 유지계 오물을 제거하는

수단을 구비하는 것을 특징으로 하고 있다.

이들 세정장치에서 사용되는 비수계 세정제는 상기한 바와 같으며, 침강 분리된 수분의 제거수단이나 부상분리된 유지계 오물의 제거수단에 의해 피세정물에서 분리된 물이나 유지계 오물을 효율좋게 또한 각각 별개로 폐기할 수가 있다. 또한 상기 세정수단으로는 침지조나 분사조 등이 예시되며 또한 초음파, 요동, 기계적 교반 등을 병용하는 것이 가능하다.

[발명을 실시하기 위한 형태]

이하 본 발명을 실시예에 의거하여 보다 상세히 설명한다.

제1도는 본 발명의 하나의 실시예의 세정장치의 구성을 나타내는 도면이다. 제1도에 나타낸 세정장치는 크게 나누어 세정, 수치환 공정 A와, 청정화, 수분제거 공정 B와, 세정제 재생기구 C로 구성되어 있다. 제1공정이 되는 세정, 수치환 공정 A에는 침강 분리기능과 오버플로우 분리기능을 겸비한 제1세정조(1) 및 제2세정조(2)와 액제거조(3)가 설치되어 있다.

상기 제1세정조(1) 및 제2세정조(2)는 침강 분리기능과 오버플로우 분리기능을 겸용하고 있지만, 이것은 피세정물 X에 부착되어 있는 것의 종류에 따라 선택하면 좋고, 침강 분리가능 단독, 오버플로우 분리기능 단독으로도 피세정물에 따라서는 충분히 가능한다. 또한, 제1공정에 있어서 세정조는 세정시간이나 세정품질 등에 따라서 단조나 다조 연결조에서 선택하면 좋으며, 다조 연결조에 있어서 조의 갯수도 마찬가지다.

이 실시예에 있어서는 2조의 다조 연결조를 사용하고 있으며, 제1세정조(1) 및 제2세정조(2) 사이는 드레인 배관(2a)과 오버플로우관(2b)에 의해 연결되고 있다. 또한, 제1세정조(1)나 제2세정조에는 필요에 따라서 초음파, 요동, 기계적 교반, 세정제 가온, 브러싱 등이 병용되고, 이들에 의해 세정성능이 보다 향상된다.

상기 제1 및 제2세정조(1)(2)에는 상기 유기 규소계 세정제나 이소파라핀계 세정제 및 이들의 혼합물 등으로 된 기초 세정제에 계면활성제를 첨가한 수분제거 세정제 D_1이 각각 수용되어 있다. 따라서 피세정물 X에 의해 유입된 물 Y는 제1 및 제2세정조 (1)(2)에 수용된 세정제 D_1의 아랫쪽에 각각 침강 분리된다. 또 유지계 오물 Z는 제1 및 제2세정조 (1)(2)에 수용된 세정제 D_1의 윗쪽에 각각 부상 분리된다.

제2세정조(2)에서 침강 분리된 물 Y는 드레인 배관(2a)에 의해 간헐적으로 제1세정조(1)측으로 배출된다. 또한, 제1세정조(1)에서 침강 분리된 물 Y는 드레인 배관(4)에 의해 간헐적으로 후술하는 세정제 재생기구 C로 배출된다. 또한 액제거조(3)에 설치된 드레인 배관(3a)도 세정제 재생기구 C와 접속되어 있다. 그리고 제1세정조(1) 및 제2세정조(2)에서 부상 분리된 유지계의 오물 Z는 순차 오버플로우되어 제1세정조(1)에 설치된 오버플로우관(5)에서 계외(系外)로 배출된다.

제1세정조(1) 및 제2세정조(2)에 수용된 수분제거 세정제 D_1은 순환용 배관(6a)에 의해 제1세정조(1)에서 선택되고, 필터(6)에 의해 세정제 D_1중의 고체물, 물입자, 미용해 물질 등이 제거된 후, 제2세정조(2)내로 환류된다. 이 필터(6)를 개재시킨 순환에 의해 세정제 D_1은 항상 정화되며 세정공정상에서의 하류측이 되는 세정조(2)의 세정제 D_1이 보다 더 청정한 상태를 유지하게 된다.

예를 들면, 세정제 D_1중에 물방울로서 혼입되어 있는 수분은 상기 필터(6)에 의해 용이하게 분리 제거된다. 상기 필터(6)는 세정, 수분제거 대상인 재료나 내용에 따라 여러 종류가 선택되지만, 예를 들면 0.1~20㎛ 정도의 포어 사이즈를 갖는 미공성 세라믹필터, 유리필터, 유기 고분자계의 필터 또는 이들 복합계 필터 등이 바람직하게 사용된다.

또한, 제2공정인 청정화, 물제거 공정 B에는, 제3세정조(7) 및 샤워린스조(8)가 설치되어 있다. 샤워린스조(8)의 아랫쪽에는, 버퍼탱크(9)가 설치되어 있고, 이 버퍼탱크(9) 및 제3세정조(7) 사이는, 드레인 배관(9a) 및 드레인 배관(9a) 및 오버플로우관(9b)으로 연결되어 있다. 이
제3세정조(7)에도, 필요에 따라 초음파, 용동, 기계적 교반, 세정제 가온, 브러싱 등이 병용된다.

상기 제3세정조(7)에는 상기 제1공정 A에서 사용한 기초 세정제만의 세정제 D_2가 수용되어 있다. 또한 기초 세정제의 구체적인 종류는 상기 제1공정 A에서 사용한 비수계 세정제와 동일하게 되어 있다. 이 세정제 D_2는 그 비중이 물보다 작고 유지계의 오물보다 크게 설정되어 있다. 따라서 제1공정 A에서의 세정조와 마찬가지로 물 Y는 세정제 D_2의 아랫쪽으로 침강 분리되고, 또한 유지계의 오물 Z는 세정제 D_2의 윗쪽으로 부상 분리된다. 제3세정조(7)에서 침강 분리된 물 Y는 드레인 배관(10)에 의해 간헐적으로 세정제 재생기구 C로 배출된다. 또 제3세정조(7)에서 부상 분리된 유지계의 오물 Z는 오버플로우관(11)에서 계외로 배출된다.

그리고, 제3세정조(7)내에 수용된 세정제 D_2는 항상 필터(12)를 통해 순환되며, 이 필터(12)에 의해 세정제 D_2중의 고형물, 물입자, 미용해 물질 등이 제거된다.

다음으로 상기 세정장치에 있어서 세정제의 회수, 재사용에 대해 설명하기로 한다. 상기한 바와 같이 제1, 제2, 제3세정조 (1)(2)(7) 및 액제거조(3)에 설치된 각 드레인 배관(4)(3a)(10)은 세정제 재생기구 C에 접속되어 있다. 각 세정조에 수용된 세정제 D_1 또는 D_2는 필터(6)(12)에 의해 항상 정화되고 있지만, 세정제의 오염이 심할때에는 각 드레인 배관(4)(10)에 의해 세정제 재생기구 C로 수송펌프(13)에 의해 보내어져 분류 정제된다.

또한, 액제거조(3)에 괴인 세정제 D_1도 간헐적으로 세정제 재생기구 C로 보내진다.

세정제 재생기구 C에서는 우선 여과기(14)에 의해 액체와 고체와의 분리가 행해지고, 고체는 폐기되

고 액체는 증류기(15)로 보내진다. 이 증류기(15)에서는 세정제중의 각 성분, 물, 유지계 오물 등의 비점의 차를 이용하여 분리가 행해진다. 또 증류기(15)에서 잔류된 수분 등은 디캔터(16)에 의해 더욱 분리된다. 또한 증류기(15)로 도입되기 전에 미리 응축기 등으로 수분의 분리제거를 행하여도 좋다.

여기서 상기 세정장치에서 사용되고 있는 세정제에 있어서의 수분제거 세정제 D_1은 기초 세정제만의 세정체 D_2에 계면활성제를 첨가한 것이기 때문에 세정제 D_1 및 세정제 D_2 각각에서 기초 세정제, 즉 세정제 D_2를 분리 추출할 수 있어 세정제 D_2가 재생된다. 또한, 이 재생된 세정제 D_2 이외의 성분, 즉 계면활성제나 수분 등은 폐기된다. 이 재생된 세정제 D_2는 배관(17)에 의해 샤워린스조(8), 제3세정조(7), 또는 제2세정조(2)로 세정제 D_1을 공급하는 배합기(18)로 보내어진다.

샤워린스조(8)에서는 상기 재생 세정제 D_2 또는 세정제 공급배관(19)에서 보내져 온 신규의 세정제 D_2에 의해 불순물을 포함하지 않는 세정제 D_2만의 샤워 세정이 행해진다. 또 배합기(18)에서는 재생 또는 신규의 세정제 D_2와 계면활성제 공급배관(20)에서 보내어 온 신규의 계면활성제 또는 계면활성제가 사전에 농후하게 배합된 세정제가 혼합되어 새로이 세정제 D_1이 제조된다. 이 세정제 D_1은 필요에 따라 제2세정조(2)에 공급된다.

상기 구성을 갖는 세정장치에 있어서 세정공정은 예를 들면 다음에 나타내는 바와 같다. 피세정물 X에 수분 Y 및 유지계 오물 Z가 부착되어 있는 경우에 우선 제1공정 A의 제1세정조(1) 및 제2세정조(2)에 차례로 침지되고, 유지계 오물 Z의 제거와 수분 Y와 수분제거 세정제와의 치환이 행해진다. 이후 액제거조(3)상에서 피세정물 X표면에 부착되어 있는 세정제 D_1이 제거된다.

다음으로 제2공정 B로 보내어져 제3세정조(7)에서 피세정물 X표면에 잔존하고 있는 계면활성제가 제거되는 동시에 수분제거가 행해진 후, 샤워린스조(8)에 의해 분순물을 포함하지 않는 세정제 D_2만으로 샤워세정이 행해져 표면의 최종적인 정화와 수분제거가 행해진다.

이후 도시하지 않은 온풍건조기에 의해 건조처리가 실시되어 세정공정이 종료된다. 또한, 이 온풍건조를 대신해 IPA 등에 의한 증기건조(세정)을 행하여도 좋다.

그런데 본 발명자들은 증기세정(건조)를 행할 경우 이 계에 있어서 다음의 점이 특히 유효함을 알았다. 즉, ① 증기 세정제와 전 공정에서부터 유입되는 액과의 상용성, ② 증기 세정제의 증발 잠열 및 증기세정제와 전 공정에서 유입되는 액과의 증발 잠열의 차, ③ 비점을 고려하지 않으면 안되는 점이다.

상기 ①에 대해서는 분자끼리의 수소결합이나 극성기의 상호 작용을 더욱 고려하지 않으면 안되는 경우도 있지만, 전 공정에서 유입되는 액과의 SP값의 차가 4 이하인 증기 세정제를 사용하는 것이 특히 유효한 요인이 됨을 알았다. 증기 세정은 피세정물 표면에서 결로된 증기 세정제중에 피세정물에 부착되어 있는 액체를 녹이고 씻어냄으로써 행해지기 때문에 증기 세정제와 전 공정에서 유입되는 액과의 SP값의 차가 4를 넘으면 충분한 치환성을 얻을 수 없게 된다. 보다 바람직한 SP값의 차는 3 이하이며, 더욱 바람직한 것은 2이하이다. 또한, ②에 대해서는 전 공정에서 유입되는 액과의 증발 잠열 차가 5배 이하인 증기 세정제를 사용하는 것이 바람직하다. 다시 말해서 증발 잠열의 차가 5배를 넘으면 증발속도가 크게 달라지기 때문에 증발 잠열이 큰 액체가 피세정물상에 잔류하여 얼룩 등으로 잔존할 가능성이 크게 된다. 보다 바람직한 증발잠열의 차는 3배 이하이며, 더욱 바람직한 것은 2배 이하이다. 또한 상기 증발 잠열의 차를 만족할때에는 증기 세정제의 증발 잠열은 보다 작은 것이 바람직하다. 이 증발 잠열의 값 자체로는 200cal/g 이하가 바람직하고, 보다 바람직하게는 100cal/g 이하이며, 더욱 바람직하게는 50cal/g 이하이다. 본 발명의 계에 있어서는 상기 ① 및 ②를 만족시키는 것이 특히 중요하다.

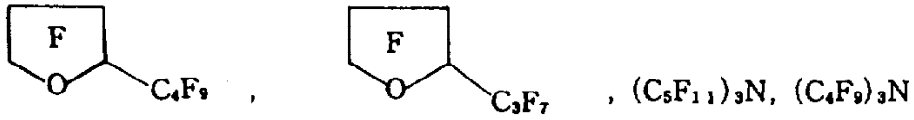
또 ③에 대해서는 증가 세정제의 비점은 증기 세정시의 피세정물 온도보다 높은 것이 필요하다. 바람직한 비점의 값으로는 피세정물 표면의 온도보다 20℃ 이상 높은 값이며, 보다 바람직하게는 피세정물 표면의 온도보다 30℃ 이상 높은 값이며, 더욱 바람직하게는 50℃ 이상 높은 값이다. 단 이 비점과 피세정물 표면 온도와의 차는 피세정물 표면의 온도에 의해 제어하는 것도 가능하다. 즉 증기 세정공정전에 피세정물 표면의 온도를 저하시키면 좋다. 이 ③의 조건을 만족시킴으로써 보다 양호한 상태가 얻어진다.

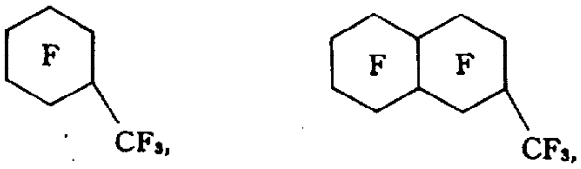
여기서, 본 발명에 있어서, 세척 세정공정에 있어서는 유기 규소계 세정제나 이소파라핀계 세정제가 사용된다. 유기 규소계 세정제는 SP값이 약 7, 증발 잠열이 약 35cal/g 정도이다. 이소파라핀계 세정제는 SP값이 약 6~8, 증발 잠열이 약 50~90cal/g 정도이다. 이들 값을 고려하면 상기 IPA(SP값=11, 증발 잠열=161cal/g, 비점=82℃)는 상기 ①~③의 조건을 전부 만족시키며, 본 발명의 세정공정 후에 있어서 증기 세정제로서 적합함을 알았다.

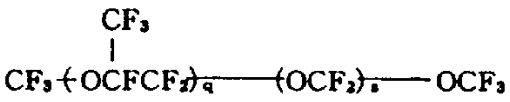
또한 본 발명에서 사용되는 증기 세정제로는 기본적으로 상기 ① 및 ②의 조건을 만족시키는 것이면 좋으며, 보다 바람직하게는 ③의 조건도 만족시키면 좋다. 이러한 조건을 만족시키는 것이라면 상기 IPA 이외에도 사용할 수가 있으며, 예를 들어 일반식 : C_nF_{2n+2}

(식중 n은 4~12의 정수를 나타냄)으로 표시되는 펄 플루오르 화합물이나 구조식 :

화학식 4







(식중 q 및 s는 임의의 정수를 나타냄) 등으로 표시되는 펄 플루오르 화합물을 사용하는 것도 가능하다.

이들 펄 플루오르 화합물은 SP값이 5~6 정도, 발열 잠열이 20cal/g 정도이며, 또 비점은 50℃~200℃ 정도까지 각종의 것이 있으며, 상기 ①~③의 조건을 전부 만족시키는 것이다. 실제의 세정에 있어서는 50℃~150℃ 정도의 비점을 갖는 것이 좋다. 또한, 펄 플루오로 화합물은 거의 모든 유기 용제와 상용성을 나타내지 않기 때문에 종래에는 입자를 제거하기 위한 것 이외의 증기 세정제로서 사용할 수 없었지만, 본 발명에 있어서는 유기 규소계 세정제나 이소파라핀계 세정제를 세척 세정제로서 사용하고 있으며 이들과 상용성을 나타내기 때문에(SP값의 차가 4 이하) 즈기 세정제로서 사용할 수가 있다.

또한, 상기 IPA나 펄 플루오로 화합물 등의 증기 세정제는 그 단독으로 사용되지 않으면 안되는 것이 아니라 예를 들면 이들의 혼합물로서 또는 상기 유기 규소계 세정제나 이소파라핀계 세정제, 더나아가서는 아세톤 등의 다른 유기 용제를 배합한 조성물로서 사용하는 것도 가능하다. 또한 배합하는 유기 용제로서 플론계 용제나 염소계 용제등을 반드시 배제하지는 않는다. 그것은 물론 환경오염의 측면에서 보면 사용하지 않는 쪽이 좋지만 그 완전 폐기의 중간관정으로는 유용하다. 이와같이 혼합물을 증기 세정제로서 사용할 때에는 혼합되는 것끼리의 SP값이나 증발 잠열이 상기 ① 및 ②의 조건을 만족시키는 것이 바람직하다. 각각의 수치는 상기의 값과 같다. 또 중간적인 SP값이나 증발 잠열을 갖는 유기 용제를 개재시키는 것도 유효하다.

더우기 상기 펄 플루오로 화합물에 상기 유기 규소계 세정제 및 이소파라핀계 세정제와, IPA, 에탄올, 메탄올, 아세톤, 디옥산 등의 유기 용제를 배합한 조성물은 하나의 액으로 탈지 세정에서 건조까지 행하는 것이 가능한 매우 유용한 하나의 액형 세정 조성물이다. 이 하나의 액형 세정 조성물의 배합비로는 상기 펄플루오로 화합물 100중량부에 대해서 유기 규소계 세정제 및 이소파라핀계 세정제를 0.01~1000중량부, 다른 유기 용제를 0.01~1000중량부로 하는 것이 좋다. 더욱 바람직한 이들의 배합비는 각각 0.01~100중량부의 범위이다.

이 하나의 액형 세정 조성물은 탈지 세정력 및 수분제거성을 나타내며, 동일 조성으로 증기 세정도 가능하기 때문에 하나의 액으로 탈지 세정에서 건조까지 행할 수 있다.

또한 상기 세정장치에서는 수분제거 세정을 대상으로 설명하였지만 사용하는 세정제의 종류를 변경함으로써 탈지 세정에 사용하는 것도 가능하다.

상기 세정장치에 의하면 약 50~60℃의 온풍건조에서 약 5분 정도의 건조가 가능하다. 또한 종래 방법에 의한 탕세정후에 온풍건조를 행하는 방법에서는 120~150℃의 고온에서도 15분 정도 건조시간이 필요하다. 그리고 온풍건조후 작업온도가 높지 않기 때문에 그대로 다음 가공으로 진행시킬 수 있는 등, 건조후의 작업냉각용 공간 및 냉각시간이 불필요하게 되어 대폭적인 생산성 향상이 달성된다. 또 단순히 건조시간이 짧아지는 것만이 아니라 한번에 세정처리하는 로트내의 수분제거 건조 얼룩도 없어져 품질이 대폭적으로 향상된다. 더우기 피세정물의 세정얼룩에 기인하는 결함발생에 의한 불량도 없게 되어 품질수준을 대폭으로 향상시킬 수 있다.

또 상기 구성의 세정장치에 있어서는 세정제로서 그 비중이 물보다 작고 유지계 오물보다 큰 것을 사용하고 있기 때문에 유지층과 물층 사이의 비중차에 의해 세정제층이 개입하여 유지층과 물층이 직접 접촉하는 것을 막기 때문에 유지와 물을 완전히 분리하는 것이 가능해져 각각에 따른 폐기처리를 효율좋게 할 수 있다. 또한 유지와 물의 완전 분리후 유지와 물을 각각 세정제에 의해 제거하지만 제거된 유지 및 물속에 미량의 세정제가 혼입할 가능성이 남는다. 그러나 유지중에 혼입된 세정제는 폐유 소각시에 세정제도 용이하게 연소되므로 소각시키는데 문제가 없다. 또 물속에 혼입된 세정제는 필터나 증류기 등에 의해 용이하게 물과 분리되기 때문에 문제가 되지 않는다.

그리고 상기 구성을 갖는 세정장치를 이용함으로써 세정제를 효율좋고 유효하게 사용할 수 있는 동시에 복수의 세정제 사용도 가능하게 된다. 그것은 세정제의 사용량을 대폭으로 삭감시키는데 연결되어 운영비용의 대폭적인 감소에 기여한다. 또 IPA 증기건조의 전 공정으로서 본 발명의 세정장치를 이용함으로써 재생 IPA내에 수분이 혼입되는 것을 방지하고, IPA와 상기 수분제거 세정제와의 비점의 차가 크기 때문에 IPA만의 증기세정이 가능하게 된다. 또한 물과 IPA와는 비점이 가깝기 때문에 수분을 제거하는 것이 곤란하여 워터마크 등의 원인이 된다.

다음으로 본 발명의 다른 실시예에 대해 설명하기로 한다. 제2도는 본 발명의 다른 실시예의 세정장치 구성을 나타낸 도면이다. 제2도에 나타낸 세정장치는 크게 나누어 세정공정 D와 세척 세정공정 E와 건조공정 F와 세정제 재생기구 G로 구성되어 있다. 제1공정이 되는 세정공정 D에는 제1세정조(21) 및 제2세정조(22)와 액제거조(23)가 설치되어 있다.

또한, 세정공정 D에 있어서 세정조는 세정시간이나 세정품질 등에 의해 단조나 다조 연결조에서 선택하면 좋으며, 다조 연결조에 있어서 조의 갯수 등도 마찬가지이다. 또 제1세정조(21)나 제2세정조(2)에는 필요에 따라 초음파, 요동, 기계적 교반, 세정제 가온, 브러싱 등이 병용되고, 이들에 의해 세정성능이 보다 향상된다.

상기 제1 및 제2세정조(21)(22)에는 상기 유기 규소계 세정제나 이소파라핀계 세정제 및 이들의 혼합물로 된 기초 세정제에 친수성 용제를 첨가한 탈지 세정제 D_3가 각각 수용되어 있다. 이 친수성 용제를 포함하는 세정제 D_3는 친수성 용제에 의해 부여된 세정능력에 의해 피세정물 X에 의해 유입된 유지계 오물을 세정제 D_3중에 용해시키는 것이다. 또한, 제1세정조(21)에서만은 피세정물 X에 부착된 오물의 용해제거가 불충분할 경우에 제2세정조(22)에서 더욱 세절을 실시하도록 해도 좋다.

또한, 제1세정조(21)와 제2세정조(22)에 수용된 세정제 D_3 및 액제거조(23)에 유입된 세정제 D_3는 각각의 조에 접속된 드레인 배관(21a)(22a)(23a)에 의해 세정제 재생기구 G로 보내진다. 그리고 제1세정조(21) 및 제2세정조(22)에는 각각 필터(24)(25)가 접속되어 있으며, 세정제 D_3중의 고체물, 미용해 물질 등이 제거된 후에 각각의 조내로 환류된다. 상기 필터(24)(25)는 세정 대상의 재료나 내용에 의해 여러가지 선택되지만, 예를 들면 0.1~20㎛ 정도의 포어사이즈를 갖는 미공성 세라믹필터, 유리필터, 유기 고분자계의 필터 또는 이들 복합체 필터 등이 바람직하게 사용된다.

또 제2공정이 되는 세척 세정공정 E에는 제3세정조(26)와 샤워린스조(27)가 설치되어 있다. 제3세정조(26)에는 상기 제1공정 D에서 사용한 기초 세정제만의 세정제 D_4가 수용되어 있다. 샤워린스조(27)의 아랫쪽에는 버퍼탱크(28)가 설치되어 있으며, 이들 버터탱크(28) 및 제3세정조(26)는 각각 드레인 배관(28a)(26a)에 의해 세정제 재생기구 G와 접속되어 있다.

이 제3세정조(26)에도 필요에 따라 초음파 요동, 기계적 교반, 세정제 가온, 브러싱등이 병용된다. 제3세정조(26)내에 수용된 세정제 D_4는 항상 필터(29)를 통해서 순환되며, 이 필터(29)에 의해 세정제 D_4중의 고형물, 미용해 물질 등이 제거된다.

또한 제3공정이 되는 건조공정 F에는 증기세정(건조)조(30)가 설치되어 있다. 이 증기세정조(30)내에는 증기세정제(31), 예를 들면 상기 IPA나 펄플루오로 화합물, 더 나아가서는 이들의 혼합물인 액체가, 수용되며, 이들이 히터(32)에 의해 가열되어 증기(33)로 된다. 이러한 증기세정조(30)에 있어서는 피세정물 X의 표면에서 증기(33)가 결로되어 액화한 증기세정제(31)중에 세척 세정공정 E에서 유입된 세정제 D_4가 용해되어 씻어내게 된다.

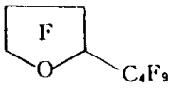
또한 피세정물 X는 상부의 냉각틸러(34) 근방에서 필요시간 유지되며 표면에 잔류 부착된 증기세정제(31)를 휘산시켜 피세정물 X의 건조가 종료된다. 또 상기 세정장치에 있어서 세정제의 회수, 재사용 기구에 대해서는 상기한 실시예와 같다.

다음으로 상기 세정장치를 이용한 구체적인 세정예 및 그 평가결과에 대해 설명하기로 한다.

실시예 1~8

먼저 탈지세정의 예에 대해 설명한다. 제1세정공정에 있어서 세정제로서 옥타메틸사이클로테트라실록산(SP값=7) 50중량부와 디에틸렌글리콜 모노부틸에테르(SP값=8) 50중량부와의 혼합물 및 휘발성 이소파라핀(SP값=7) 50중량부와 디에틸렌글리콜모노부틸에테르 50중량부와의 혼합물을, 또 제2세정공정에 있어서 세척 세정제로서 옥타메틸사이클로테트라실록산을 준비하였다. 또 증기 세정제로는 표 1에 나타낸 각종의 것을 각각 준비하였다. 또한 표 1에 나타낸 증기 세정제(비교예를 포함)중의 조성분의 SP값, 증발잠열 및 비점은 다음과 같다. 실시예에 의한 증기세정제는 옥타메틸사이클로테트라실록산의 SP값 및 증발잠열을 고려하여 선택한 것이다.

[표 1]

	SP값	증발잠열(cal/g)	비점(℃)
C_8F_{18}	5	20	97
	6	20	102
IPA	11	161	82
옥타메틸사이클로 테트라실록산	7	36	175
헥사메틸 디실록산	7	51	100
아세톤	10	62	56
에탄올	13	204	78

이들 세정제를 사용하며 로진계 플럭스·스파클 플럭스 PO-F-4600(상품명, 센쥬금속공업(주) 제조, 팁혼재 기판용, SP값=약 10)을 사용한 프린트 기판의 세정을 행하였다. 세정조건은 제1세정공정에서는 45℃, 3분간 초음파 세정하고 세척세정은 2분간 하였다. 그리고 이와같이 세정한 후의 프린트 기판은 각 증기 세정제에 의해 증기 세정하고, 건조에 필요한 시간을 측정하였다. 마찬가지로 50℃의 온풍 건조에 대해서도 건조 시간을 측정하였다. 또 건조 후의 프린트 기판 표면의 이온잔사량(㎍ NaCl/inch)을 MIL-P-55110C 및 MIL-P-28809A에 준거하여 오메가 미터(니혼알파 메탈즈(주) 제조)를 사용하여 측정하였다. 또한 플럭스의 잔사를 육안 및 현미경으로 관찰하여 긴 지름 0.05㎜ 이상인 오물의 유무를 확인하였다. 그리고 실용 성능을 종합적으로 판단하여 매우 양호한 것에 ◎, 양호한 것에 ○, 약간 떨어지는 것에 △, 불량한 것에 ×를 붙였다. 이들 결과를 표1에 각 세정제의 조성비와 함께 병기하였다.

[표 2]

	세정조성물 (중량부)	린스조성 (중량부)	증기세정 조성물(중량부) IPA	기타 유기용제	옥타메틸사이클로테트라실록산	헥사메틸 디실록산	퍼플루오로 화합물	세정결과 건조시간 (초)	이온잔사 (㎍NaCl/in²)	외관(백색잔사)	실용성능 (종합판정)
실시예 1	옥타메틸사이클로테트라실록산 50		100	–	–	–	–	45	7	없음	◎
〃 2	디에틸렌글리콜모노부틸에테르 50		0.5	–	1.5	–	 98	19	6	〃	◎
〃 3	휘발성 이소파라핀 50	옥타메틸사이	–	아세톤 1	–	20	C_8F_{18} 79	18	5	〃	◎
〃 4	디에틸렌글리콜	클로테트라	–	아세톤 3	–	30	 67	17	8	〃	◎
〃 5	모노부틸에테르 50	실록산 100	–	–	–	–	C_8F_{18} 100	20	5	〃	◎
〃 6	옥타메틸사이클로테트라실록산 50		–	–	–	–	 100	19	4	〃	◎
〃 7	디에틸렌글리콜		–		–	–	–	35	8	〃	◎
〃 8	모노부틸에테르 50				(50℃ 온풍건조)			125	6	〃	○
비교예 1	옥타메틸사이클로테트라실록산 50 디에틸렌글리콜모노부틸에테르 50	IPA 100	–	–	–	–	 100	58	18	건조 얼룩 다수	×
〃 2	에탄올 100	 100	–	–	–	–	〃 100	20	45	있음	×

표 2의 결과에서 분명하듯이, 실시예 1~8에서는 탈지 세정력이 충분하게 얻어지고 있는 동시에 증기세정(건조)에 있어서도 매우 양호한 결과가 얻어지고 있다. 이것은 세척 세정력과 증기세정제의 SP값의 차를 4~2로 하였기 때문이다. 이에 대해서 SP값의 차가 5 이상인 각 비교예에서는 만족스러운 세정력을 얻을 수 없음을 알았다.

실시예 9~12

다음으로 수분제거 세정에 대해 설명한다. 수분제거 세정제로서 옥티메틸사이클로테트라실록산 99.5 중량부와 폴리옥시에틸렌올레일에테르(SP값=8) 0.5중량부와 혼합물 및 휘발성 이소파라핀(SP값=7) 99.0중량부와 스테아린산 나트륨 1.0중량부와의 혼합물을 준비하였다. 또 증기 세정제로는 표 3에 나타낸 각종의 것을 각각 준비하였다.

이들 세정제를 사용하여 미니어쳐 베어링(스테인레스제)의 수분제거 세정을 행하였다. 세정시험은 2개의 미니어쳐 베어링을 물에 침지시킨 후, 상온의 수분제거 세정제 중에 1분간 침지시키고 계속해서 증기세정을 행하여 실시하였다. 이후 소정량의 탈수 에탄올 중에 베어링을 이동시켜 잔류수분을

흡수시키고, 칼피셔법에 의해 측정하였다. 그리고 수분제거율을 다음의 식에서 산출하였다.

수분제거율=(B-A)/B×100

(식중 A는 상기 칼피셔법에 의해 측정한 값(g), B는 블랭크 시험(물속으로의 투입공정 제외) 후의 정량치(g)임)

또한, 건조후의 외관을 다음의 기준에 의해 평가한다.

× : 육안으로 건조 얼룩이 관찰된 경우

○ : 육안으로 건조 얼룩이 관찰되지 않은 경우

◎ : 주사형 전자현미경에 의해 50㎛ 이상의 얼룩이 관찰되지 않는 경우

이상의 측정결과를 표 2에 나타내었다.

[표 3]

	수분제거 조성물 (중량부)	증기세정 조성물(중량부)					세정결과		
		IPA	기타 유기용제	옥타메틸사이클로테트라실록산	헥사메틸디실록산	펠플루오로 화합물	세정후의 외관	수분제거율 %	실용성능 (종합판정)
실시예	옥사메틸사이클로테트라실록산 99.5	–	–	–	–	–	◎	99.8	◎
〃 10	디에틸렌글리콜모노부틸에테르 0.5	0.5	–	2.0	–	C_8F_{18} 97.5	◎	99.3	◎
〃 11	휘발성 이소파라핀 99.0	–	아세톤 0.5	2.0	–	 97.5	◎	99.1	◎
〃 12	스테아릴산나트륨 1.0	–	–	–	–	C_8F_{18} 100	◎	99.5	◎
비교예	물론 113/계면활성제 100	–	–	물론 113/계면활성제 100	–	–	◎	99.1	◎

표 3에 나타낸 측정결과에서 분명하듯이 각 실시예에 의하면 특히 세척세정을 하지 않아도 충분한 수분제거 성능이 얻어지고 있다.

실시예 13~15

다음으로 마무리세정(입자제거)의 예에 대해 설명한다. 마무리 세정제로서 옥타메틸사이클로테트라실록산 및 휘발성 이소파라핀을 준바하였다.

또 증기 세정제로는 표 3에 나타낸 각종의 것을 준비하였다. 이들 세정제를 사용하여 CCD 커버유리의 마무리 세정을 하였다. 세정시험은 45℃의 마무리 세정제 중에서 CCD 커버유리를 초음파 세정한 후, 증기세정에 의해 건조마무리를 행함으로써 실시하였다. 그리고 건조 후의 외관평가 및 표면 먼지량을 측정하였다. 건조 후의 외관은 상기 실시예 9와 같이 하여 평가하였다. 또 표면의 먼지량(0.5㎛ 이상)은 레이저법에 의한 입자체 크기·WM-1000(도쿄 광학기계(주) 제조)을 사용하여 측정하였다.

이상의 측정결과를 표 3에 나타내었다.

[표 4]

	세정 조성물	증기세정 조성물(중량부)					세정결과		
		IPA	기타 유기용제	옥타메틸사이클로테트라실록산	데카메틸사이클로디실록산	펠플루오로 화합물	세정후의 외관	잔류먼지량 /0.5in²	실용성능 (종합판정)
실시예 13	옥타메틸사이클로테트라실록산 100	100	–	–	–	–	◎	15	◎
〃 14		–	아세톤 0.1	3	–	*1 96.9	◎	12	◎
〃 15	휘발성 이소파라핀 100	–	–	–	–	 100	◎	13	◎
비교예 4	113 100	–	113 100	–	–	–	◎	20	◎
〃 5	 100	–	–	–	–	 100	△ 연마재 일부잔류	150	△

*1 : $CF_3-\{(-OCFCF_2)_m(-OCF_2-)_n\}-OCF_3$ (CF₃)

표 4에 나타낸 측정결과에서 분명하듯이 각 실시예에 있어서 충분한 입자 조절이 이루어지고 있음을 알았다.

실시예 16~19

표 5와 같이 휘발성 이소파라핀에 각종의 유기 용제를 첨가한 탈지세정제를 제조하였다. 또 세척 세정제로서 휘발성 이소파라핀을 준비하였다. 이들 세정제를 사용하여 실시예 1과 마찬가지로 하여 플럭스 부착 프린트 기판의 세정을 행하여 50℃의 온풍 건조에 의한 건조 평가를 실시예 1과 마찬가지

로 하여 행하였다. 또 강판상에 스핀들유를 도포하고, 150℃의 가열로에서 48시간 프린팅하여 시험편을 제작하였다. 이 시험편에 부착시킨 유지의 세정(초음파 세정)을 상기 탈지 세정제를 사용하여 행하고, 이 세정에 필요한 시간을 측정하였다. 수치가 작을수록 세정력이 높음을 나타낸다.

이들 결과를 표 4에 나타내었다.

[표 5]

	유기용제	휘발성 이소파라핀	케로신	기타 탄화수소	프론 113/ 에탄올 공비계	건조시간 (초)	이온잔사 (μgNaCl/in²)	외관 (백색잔사)	유지세정 시간(초)
실시예 16	메틸알콜 2	98	–	–	–	40	11	◎	92
〃 17	디에틸렌글리콜 모노부틸에테르 50	50	–	–	–	180	9	◎	60
〃 18	d-리모넨 30 에틸알콜 10	60	–	–	–	120	7	◎	45
〃 19	α-피넨 30 IPA 10	60	–	–	–	130	5	◎	40
비교예 6	–	–	100	–	–	820	40	×	150
〃 7	–	–	–	이소프로핀 벤젠 100	–	>2,000	42	×	166
〃 8	에틸알콜 2	–	–	디아밀벤젠 98	–	>2,000	42	○	135
〃 9	디에틸렌글리콜 모노부틸에테르 30	–	–	n-데칸 70	–	630	15	×	162
〃 10	–	–	–	–	100	20	11	◎	60

표 5에서 분명하듯이 이소파라핀을 주성분으로 하는 세정제로 세정한 후, 휘발성 이소파라핀에 의해 린스한 경우(실시예 16~19)에는 온풍에 의해 단시간에 건조를 행할 수 있었다. 또 이온잔사도 낮고, 백색잔사도 볼 수 없었다. 또한 유지 세정 속도도 빠르며, 세정 성능면에서 물론 113/에탈공비계와 동등 이상의 성능을 보였다. 이에 대해서 이소프로필벤젠, 디아밀벤젠 등의 알킬벤젠 및 n-데칼, 케로신 등의 직쇄형 파라핀을 사용하여 세정, 린스를 행한 경우(비교예 6~10)에는 온풍에 의한 건조성이 나쁘거나 30분간의 건조로는 불가능 하였다. 이때문에 이온잔사도 많고 완전히 세정되지 않고 잔류된 플럭스성분(백색잔사)도 많이 보였다.

실시예 20

휘발성 이소파라핀을 마무리 세정제로서 사용하고 실시예 13과 마찬가지로 하여 CCD 커버 유리의 마무리 세정을 행하여 실시예 13과 마찬가지로 세정특성 및 건조특성을 평가하였다. 또한 건조는 50℃의 온풍건조에서 실시하였다.

그 결과를 표 5에 나타내었다.

[표 6]

	먼지제거공정에 사용된 용제	세정후의 외관	잔사량 (/0.5in²)
실시예 20	휘발성 이소파라핀	◎	100
비교예 11	케로신	건조지연건조 얼룩발생 ×	720
〃 12	이소프로필벤젠	30분에서도 건조되지 않음 ×	2,000
〃 13	디아밀벤젠	×	2,600
〃 14	n-데칸	○	350
〃 15	플론 113/ 에탄올 공비계	◎	90

표 6에서 분명하듯이 휘발성 이소파라핀을 사용한 마무리 세정에서는 세정후에 건조 얼룩도 없고, 먼지에 대해서는 플론 113과 동등 이상의 충분한 세정성을 나타내었다. 이에 대해 각 비교예에서는 건조성이 낮기때문에 건조얼룩이 많이 보였고, 또 건조중에 부착된 먼지량도 매우 많아졌다.

실시예 21~24

표 7에 나타낸 탈지세정제, 세척세정제, 증기세정제를 각각 사용하여 실시예 1과 마찬가지로 플럭스 부착 프린트 기판에 세정을 행하고, 실시예 1과 마찬가지로 하여 세정특성 및 건조특성을 평가하였

다. 또한 탈지세정 및 세척 세정의 조건은 45℃, 초음파 세정에서 하였다. 그 결과를 표 6에 나타내었다.

[표 7]

	세정공정(조성,중량부)							린스공정	증기세정공정	평가결과		
	휘발성 이소파라핀	유기용제	케로신	이소프로필 벤젠	디아밀 벤젠	n-데칸	플론/에탄올 공비계			건조시간 (초)	(μgNaCl/in^2)	외관 (백색잔사)
실시예 21	98	에탄올 2	–	–	–	–	–	휘발성 이소파라핀	C_6F_{14}	20	9	없음
〃 22	96	에탄올 4	–	–	–	–	–	↑	C_6F_{14}	15	6	없음
〃 23	70	디에틸렌글리콜 모노부틸에테르 30	–	–	–	–	–	↑	$H(C_4F_9)_3$	17	7	없음
〃 24	30	디에틸렌글리콜 모노부틸에테르 70	–	–	–	–	–	↑		15	8	없음
비교예 16	–	50	50	–	–	–	–	케로신	IPA	60	21	없음
〃 17	–	70	–	30	–	–	–	이소프로필 벤젠	〃	82	15	건조얼룩 있음
〃 18	–	20	–	–	80	–	–	디아밀벤젠	〃	98	31	건조얼룩 있음
〃 19	–	–	–	–	–	100	–	n-데칸	〃	45	38	건조얼룩 있음
〃 20	–	–	–	–	–	–	100	←	←	25	9	없음

표 7에서 분명하듯이 이소파라핀을 주성분으로 하는 세정제 및 증기세정제를 사용하여 기판 세정을 행한 결과 15초~20초에서 건조가능하고, 이온잔사도 적으며, 잔류플럭스(백색잔사)도 볼 수 없었다. 그리고 플론 113/에탄올 공비계와 동등 이상의 성능을 보였다.

실시예 25-27

표 8에 나타낸 수분제거 세정제 및 증기세정제를 사용하여 실시예 9와 마찬가지로 하여 미니쳐 베어링의 수분제거 세정을 행하고, 실시예 9와 마찬가지로 세정특성 및 건조특성을 평가하였다. 또한, 수분제거 세정은 45℃에서의 침지 요동을 1분간 행하였다. 그 결과를 표 7에 나타내었다.

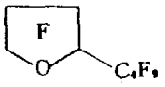
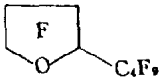
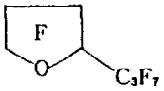
[표 8]

	세정공정(세정 조성물, 중량부)								증기세정공정	평가결과	
	휘발성 이소파라핀	폴리옥시에틸렌 올레일에테르	폴리옥시에틸렌 부틸페닐에테르	케로신	이소프로필 벤젠	디아밀 벤젠	n-데칸	플론 113/계면활성제		외관	수분제
실시예 25	99.5	0.5	–	–	–	–	–	–	C_6F_{14}	◎	99.3
〃 26	99.5	–	0.5	–	–	–	–	–	C_6F_{14}	◎	99.4
〃 27	99.0	–	1.0	–	–	–	–	–	*1	◎	99.6
비교예 21	–	–	–	100	–	–	–	–	C_6F_{14}	수분잔류 ×	62
〃 22	–	0.5	–	–	99.5	–	–	–	C_6F_{14}	×	91
〃 23	–	1.0	–	–	–	99.0	–	–		×	89
〃 24	–	–	0.5	–	–	–	99.5	–	C_6F_{14}	×	96
〃 25	–	–	–	–	–	–	–	100	←	◎	99.2

실시예 28~29

표 9에 나타낸 마무리 세정제 및 증기세정제를 사용하여 실시예 13과 마찬가지로 CCD 커버 유리의 마무리 세정을 행하고, 실시예 13과 마찬가지로 하여 세정특성 및 건조특성을 평가하였다. 그 결과를 표 8에 나타내었다.

[표 9]

	먼지제거공정	증기세정공정	외관	잔류량 /in²
실시예 28	휘발성 이소파라핀		◎	15
〃 29	휘발성 이소파라핀	$CF_3-[(-OCFCF_2-)_m(-OCF_2-)_n]-OCF_3$ | CF_3	◎	18
비교예 26	케로신		○	220
〃 27	이소프로필벤젠	$CF_3-[(-OCFCF_2-)_m(-OCF_2-)_n]-OCF_3$ | CF_3	○	340
〃 28	디아밀벤젠	C_6F_{14}	○	250
〃 29	n-데칸		○	180
〃 30	플론 113 (에탄올 공비제)	←	◎	32

실시예 30

제1세정공정에 있어서 세정제로서 헥사메틸디실록산(SP값=7) 50중량부와 에탄올(SP값=13) 50중량부의 혼합물을, 또 제2세정공정에 있어서 세척세정제로서 옥타메틸사이클로테트라실록산을 준비하였다. 또 증기세정제로는 CF을 준비하였다. 이들을 사용하여 실시예 1과 마찬가지로 하여 세정특성 및 건조특성을 평가한 결과 실시예 1과 같이 양호한 결과가 얻어졌다. 이 실시예에 있어서 세정제, 즉 헥사메틸디실록산과 에탄올은 SP값이 5 이상이지만, 극성기의 상호작용에 의해 상용성을 나타내기 때문에 상기 결과를 얻을 수 없었다.

실시예 31

펄플루오로 화합물로서 CF 100중량부에 유기 규소계 세정제로서 헥사메틸디실록산을, 25중량부 및 유기 용제로서 아세톤을 3중량부 배합하여 일액형 세정제를 조제하였다. 한편 강판에 실리콘계 프레스유 YF33(상품명 도시바실리콘(주) 제조)을 도포하고, 100℃에서 베이킹한 것을 시료편으로 준비하였다. 세정조건은 40℃, 3분간 초음파 세정하고 이후 동일 세정제로 증기세정을 실시하였다.

이와 같이 세정한 강판표면을 ATIR로 분석한 결과 실리콘에 상당하는 피크는 출현하지 않고, 실리콘 잔사도 존재하지 않음을 확인하였다.

[산업상의 이용가능성]

본 발명의 세정방법에 의하면 종래부터 사용되고 있는 플론계에 필적하는 탈지세정성 및 수치환성, 더 나아가서는 건조성이 얻어지는 동시에 환경파괴나 환경오염의 염려가 없기 때문에 각종 문제를 안고 있는 플론계 용제등을 사용하는 세정방법의 대체 세정법으로 유용하다. 또 복수의 세정제를 사용하여도 세정제의 재이용이 가능한 동시에 피세정물에서 제거한 물이나 오염물질을 효율좋게 폐기할 수 있기 때문에 세정제의 절약에도 크게 기여한다.

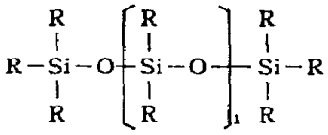
(57) 청구의 범위

청구항 1

(a) 퍼플루오로 화합물 100중량부 ; (b) 실리콘 함유 세정제 및 지방족 탄화수소 함유 세정제로 구성된 그룹으로부터 선택되는 적어도 하나의 세정제 0.01 내지 1000중량부 ; 및 (c) 유기 용매 0.01 내지 1000중량부로 이루어지는 것을 특징으로 하는 세정 조성물.

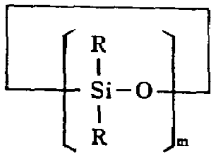
청구항 2

제1항에 있어서, 상기 실리콘 함유 세정제가 아래의 일반식(Ⅰ)에 의해 표시되는 직쇄형 폴리오르가노실록산 및 아래의 일반식(Ⅱ)에 의해 표시되는 고리형 폴리오르가노실록산으로 구성된 그룹으로부터 선택되는 적어도 하나의 폴리오르가노실록산으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 세정 조성물.



(I)

(R은 치환 또는 비치환 탄화수소기, l은 0 내지 5의 정수)



(II)

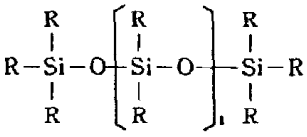
(R은 치환 또는 비치환 탄화수소기, m은 3 내지 5의 정수)

청구항 3

(a) 퍼플루오로 화합물 100중량부 ; 및 (b) 실리콘 함유 세정제 및 지방족 탄화수소 함유 세정제로 구성된 그룹으로부터 선택되는 적어도 하나의 세정제 0.01 내지 1000중량부로 이루어지는 것을 특징으로 하는 세정 조성물.

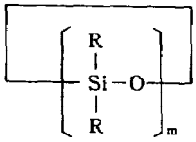
청구항 4

제3항에 있어서, 상기 실리콘 함유 세정제가 아래의 일반식(Ⅰ)에 의해 표시되는 직쇄형 폴리오르가노실록산 및 아래의 일반식(Ⅱ)에 의해 표시되는 고리형 폴리오르가노실록산으로 구성된 그룹으로부터 선택되는 적어도 하나의 폴리오르가노실록산으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 세정 조성물.



(I)

(R은 치환 또는 비치환 탄화수소기, l은 0 내지 5의 정수)

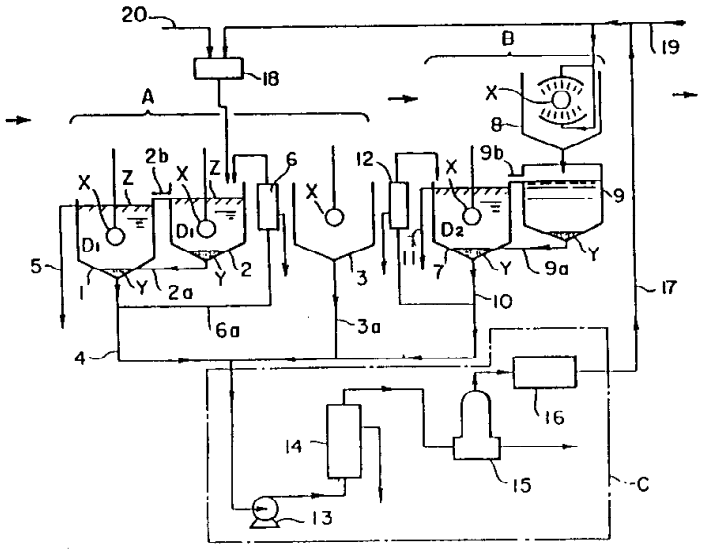


(II)

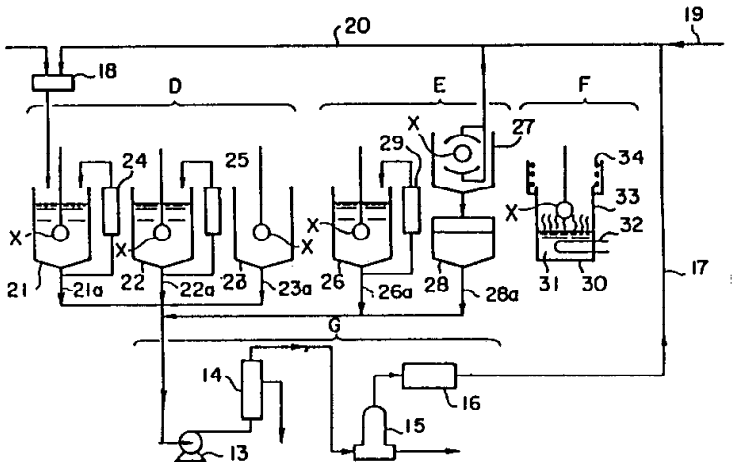
(R은 치환 또는 비치환 탄화수소기, m은 3 내지 5의 정수)

도면

도면1



도면2


20
19
18
D
E
F
X
27
29
24
25
34
33
32
17
21
21a
22
22a
23
23a
26
26a
28
28a
31
30
G
14
16
15
13