

異なる手法で洗浄したガラスの表面状態の比較

Comparison of glass surface condition by different cleaning methods

電子・機械技術部 機械・加工科 三瓶義之

材料技術部 分析・化学科 杉原輝俊

強アルカリに代わる洗浄液として、ウルトラファインバブル水、ウルトラファインバブル水+アルカリ電解水及びアルカリ電解水を用いて洗浄した際のガラスの表面状態を SEM 観察、及び接触角測定により比較した。また、洗浄効果を評価するための模擬汚染の作製手法を確立した。それぞれの洗浄液で洗浄前後での模擬汚染の変化を観察した結果、これらの洗浄液の間で洗浄効果には大きな差がないことが分かった。

Key words: ウルトラファインバブル水、アルカリ電解水、汚染、洗浄

1. 緒言

株式会社吉城光科学では各種光学機器用の反射ミラーを製造するため、基板となるガラスの切断・洗浄及び反射膜の成膜を行っている。ガラスは保護フィルム上から切断線を入れて所定の形状に切断され、フィルムの剥離、洗浄を経て成膜を行っている。この際、フィルムのノリ残りがあると装置の汚染や成膜不良の原因となるため、洗浄でこれを除去する必要がある。

この洗浄にはこれまでは強アルカリの洗浄液を用いたブラシ洗浄を行ってきた。しかし、作業環境や廃液処理の問題の解決のために代替洗浄液への変更が望まれている。

その代替洗浄液の一つとして、水中に極微細な気泡を分散させたウルトラファインバブル水(以下UFBと略)及びそれにアルカリ電解水を添加したものがある。しかし、これらの洗浄液については、その有効性について裏付けとなるデータは得られていない。

そこで、これらの洗浄液を用いて洗浄したガラスの表面について洗浄前後の表面の走査型電子顕微鏡(以下SEMと略)観察及び接触角測定を行い、模擬汚染を用いて洗浄能力の比較を行ったので報告する。

2. 実験及び実験結果

2. 1. 洗浄後のガラス表面のSEM観察

洗浄液の違いによるガラス表面状態の違いを把握するため、異なる洗浄液でガラスを洗浄し、その表面のSEM観察を行った。

試料は保護フィルムを剥離しただけの未洗浄品とUFB、UFB+アルカリ電解水及びアルカリ電解水へ24[h]浸漬して洗浄したものを用いた。

SEM観察には日立ハイテクノロジーズ社製S-3700を用い、低真空モード、加速電圧15[kV]にて反射電子像の観察を行った。観察の結果、ガラス基板中央部では未洗浄品、洗浄品ともにノリ残りともみられる粘着物の付着はほとんど見られなかった。しかし、未洗浄品の

ガラスの切断部近傍には微細なノリ残りが見られた。未洗浄のガラス基板中央部の反射電子像を図1に、切断部近傍のノリ残りの状況を図2に示す。



図1 未洗浄のガラス表面



図2 切断部近傍のノリ残りの状況

このことから、ノリ残りは切断時等のフィルム表面に外力がかかった個所で発生していると考えられる。

2. 2. 接触角測定

ガラス表面の汚染形態としては、ノリ残りのように表面に異物が付着している場合のほかに、汚染が表面に薄く広がっている状態の可能性も考えられる。そこで、表面の状態の違いを見るため、接触角の測定を行った。

測定装置には協和界面科学製接触角計CA-Xを用い、測定溶媒に蒸留水を用いてガラス板中央部での接触角測定を行った。測定試料には未洗浄、及び種々の洗浄液で洗浄し、乾燥させたガラスを用い、参考として吉城光科学の洗浄装置で強アルカリ洗浄液を用いて洗浄したガラスも併せて測定した。測定結果を表1に示す。

測定結果より、未洗浄のものに比べて蒸留水で洗浄したものでは接触角にほとんど差がなかった。UFB洗浄では若干の接触角の低下が見られ、アルカリ電解水を用いた場合には接触角が大きく低下した。しかし、強アルカリを用いて洗浄したものには及ばなかった。

表1 洗浄後のガラスの接触角

洗浄手法	接触角(deg)
未洗浄	69.4
UFB	58.0
UFB+アルカリ電解水	17.9
アルカリ電解水	23.8
蒸留水	70.4
(参考)強アルカリ	4.0

この数値のばらつきの原因としては、試料表面に洗浄液が残留し、それが接触角に影響を与えていることが考えられる。このことから異なる成分の洗浄液を使用した場合に、接触角測定により表面状態の評価を行うことは難しいことが分かった

2. 3. 模擬汚染の作製

前項までの結果から、問題となるノリ残りは通常の剥離面にはほとんど発生せず、保護フィルム表面から強い力がかかった際に発生していることが分かった。しかし、これらは発生密度やサイズが不均一であり、洗浄効果を比較する際の試料として用いることが難しい。

そこで、模擬汚染として、フィルム表面から圧力を加えることで意図的にノリ残りを作製することについて検討を行った。

この際、加工時の圧力の大小によりノリ残りの程度が影響を受けることが予想されるため、模擬汚染作製の際には荷重及びその方向をコントロールする必要がある。

そこで、被膜の密着性の評価試料を作製するための手法であるクロスカット試験機を用い、同じ荷重条件で表面から圧力を加え、模擬汚染の作製を行った。

加工はテスター産業株式会社製クロスカット試験機を用い、円錐針に荷重300[g]を掛け、保護フィルム上から0.5[mm]間隔で針を当て、およそ10[mm]角の範囲内を加工した。加工機及び加工中の状況を図3に示す。

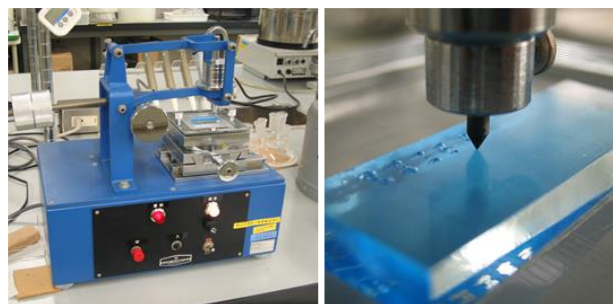


図3 クロスカット試験機及び加工中の状況 (左：クロスカット試験機, 右：加工部近傍)

得られた加工物について、保護フィルムを剥離し、SEMにより表面の模擬汚染の状況を観察した。低真空モード、加速電圧15[kV]での反射電子像を図4に示す。

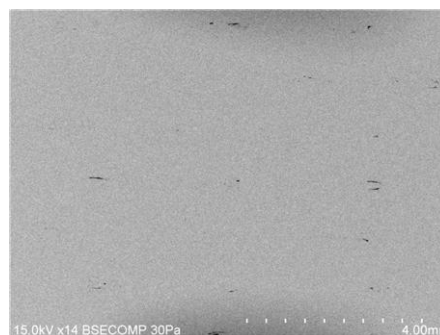


図4 作製した模擬汚染のSEM観察像

図より、針をあてた箇所にノリ残りができていることが分かる。この手法で、洗浄前後でのノリ残りの大きさや個数の変化により洗浄効果を比較可能な模擬汚染を作製することができた。

2. 4. 模擬汚染の洗浄前後での比較

作製した模擬汚染を用いて、それぞれの洗浄液での洗浄前後のノリ残りの状態について評価を行った。試料は模擬汚染作製、保護フィルム剥離後に試料表面をSEM観察して洗浄評価の視野を決め、その後に洗浄を行った。洗浄はUFB、UFB+アルカリ電解水及びアルカリ電解水に24[h]浸漬して行った。洗浄後、蒸留水にて流水洗浄し、エアブローにて水滴を除去後、自然乾燥を行った。乾燥後、SEMを用いてそれぞれの試料について洗浄前と同じ箇所を観察し、洗浄前後でのノリ残りの変化を観察した。それぞれの洗浄液での洗浄前後のSEM像について図5から7に示す。

図より、いずれの洗浄液でも洗浄前に比べ洗浄後ではノリ残りが小さくなっていた。しかしこれら3種の洗浄液間でノリ残りの変化には明確な差は見られなかった。



図5 UFB洗浄前後での模擬汚染の変化
(上：洗浄前，下：洗浄後)

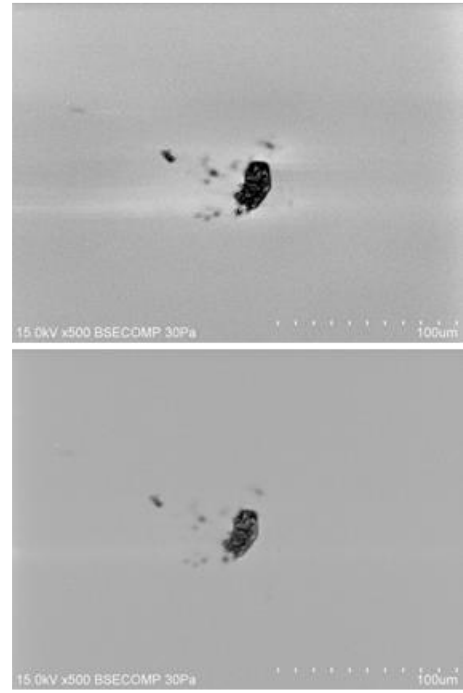


図7 アルカリ電解水洗浄前後での模擬汚染の変化
(上：洗浄前，下：洗浄後)



図6 UFB+アルカリ電解水洗浄での模擬汚染の変化
(上：洗浄前，下：洗浄後)

3. 結言

洗浄液間の洗浄能力の差を見るため、洗浄前後のガラス表面のSEM観察、接触角測定を行った。また、模擬汚染を用いて洗浄前後でのノリ残りの比較を行った。その結果、以下の知見を得られた。

- ・保護フィルムの通常の剥離面にはほとんどノリ残りは観察されない。
- ・ノリ残りはガラス切断線加工等の強い圧力を受けた箇所で発生する。
- ・洗浄液が異なる場合、接触角測定により表面状態を比較することは難しい。
- ・クロスカット試験機を用いて、洗浄効果を比較可能な模擬汚染を作製することができた。
- ・模擬汚染での洗浄試験の結果、いずれの洗浄液も洗浄効果が認められたが、その間に大きな差は見られなかった。