Na₂SO₄ 電解還元水の基本特性および精密洗浄性能*

佐藤 運海** 竹内 政生*** 川久保 英樹†

The Basic Characteristics and the Performance of Precision Washing of Na₂SO₄-Electrolyzed Reducing Water

Unkai SATO, Masao TAKEUCHI and Hideki KAWAKUBO

In this paper we discuss the basic characteristics and performance of precision washing using ER water (electrolyzed reducing water) electrolyzed with Na₂SO₄ solution (Na₂SO₄ ER water). First, the structure and characteristics of the three-tank system used to produce electrolyzed water as well as how Na₂SO₄ ER water is produced by the system are described. Next, the relationship between the characteristic value of Na₂SO₄ ER water and the electrolytic current, and its difference from those for NaCl ER water and NaOH solution are investigated experimentally. Changes in the characteristic value of Na₂SO₄ ER water with time are also investigated in the same time. Finally, according to the results of washing the surface of precision parts with Na₂SO₄ ER water, C₉H₁₂ solution and pure water, the washing efficiency of Na₂SO₄ ER water is verified.

Key words: Na₂SO₄ ER water, basic characteristics, ORP (oxidation reduction potential), dissolution hydrogen, dissolved oxygen, hydrogen nano-bubble, surface washing

1. 緒 言

半導体デバイスをはじめ、精密機器の高性能化、小型化にともない、その構成部品の表面清浄度に対する要求も厳しくなっている。製造プロセスにおいて、部品、製品の表面清浄度を保ち、歩留まりを高めるため、たとえば、研磨工程後のシリコンウエハ、ガラス基板などに対する研磨材などの微粒子除去洗浄、デバイスの配線工程後のレジストなどの有機汚染物の除去、金属イオン残渣除去洗浄などが挙げられる。

現状の洗浄工程において、その洗浄の目的に応じて様々な化学薬液が使用されている。研磨材微粒子、有機物の除去には、NH₄OH と H₂O₂、金属イオン残渣除去には H₂SO₄、HCl、HF と H₂O₂ との混合溶液を使用している¹⁾。これらの化学薬液の使用により、製造コスト高をもたらすと同時に、大きな環境負荷にもなっている。環境負荷の軽減および製造コストの削減という観点から、環境に優しい、コストが低い、洗浄性能が高い、新しい洗浄溶液および洗浄方法の研究開発は大変有意義な研究であると言うまでもない。

著者らは希薄電解水の基本特性解明および材料加工への応用について研究している。NaCl および Na₂SO₄ の電解酸化水は、無酸素銅材²⁾およびリードフレーム用銅合金³⁾、純ニッケル⁴⁾およびニッケル合金⁵⁾、純鉄材⁶⁾などに対して、HCl、H₂SO₄ 溶液と比べ、エッチング作用が強く、これらの金属材料の表面酸化皮膜の除去が可能である。NaCl 電解還元水は、炭素鋼切削面の脱脂洗浄⁷⁾、研磨工程後のシリコンウエハの表面洗浄⁸⁾に有効であり、切削溶液として、炭素鋼、アルミニウム合金およびステンレス鋼の切削加工⁹⁾への応用も可能となっている。しかし、NaCl を用いて電解水を生成する場合、塩素ガス(Cl₂)が発生する¹⁰⁾。塩素の付着により精密機器に支障をもたらす恐れがある。そこで、著者らは塩素などの有害ガスを発生する恐れがない

Na₂SO₄ 電解水について検討することにした。本研究では、Na₂SO₄ 電解還元水を精密機器の表面洗浄に応用することを目的として、まず、Na₂SO₄ 電解還元水の基本特性とする pH、ORP (Oxidation Reduction potential)、EC(Electrical Conductivity)、DH(Dissolution Hydrogen)および DO(Dissolved Oxygen)と生成条件との関係を明らかにした。つぎに Na₂SO₄ 電解還元水を用いて、バフ研磨後の高級時計用歯車について、現状工程に使用されている炭化水素有機溶剤(C₉H₁₂)と洗浄性能の比較実験を行った。本研究により有意義な結果を得たので報告する。

2. 実験方法

2.1 Na₂SO₄ 電解還元水の生成

Na₂SO₄ 電解水は NaCl 電解水¹⁰⁾と同様に三槽式の電解水生成装置を用いて生成した。飽和状態の Na₂SO₄ 溶液をポンプによって電解質塩溶液槽を循環させると同時に、純水(オルガノ(株)、G-20B 形)を陽極電解槽および陰極電解槽に流入させながら電気分解を行うことによって Na₂SO₄ 電解水を得る。

陽極および陰極は同様の構造で、純チタンメッシュに白金めっきを施したものを使用している。電極の面積は 12,282mm² (89mm×138mm)である。陽極と陰極は平行に配置しており、両極間の距離は約 5mm である。

電解水生成装置は電解電流値を一定範囲の中で任意に設定でき、その最大パワーが 780W となっている。電解還元水および電解酸化水の流量(生成量)も任意に設定できるが、本研究においてはそれぞれ約 2.0 L/min に設定した。

2.2 Na₂SO₄ 電解還元水の基本特性の評価

2.2.1 電解電流値と Na₂SO₄ 電解還元水の特性値との関係

Na₂SO₄ 電解還元水の特性値と電解電流値との関係を明らかにするために、電解電流値を 5A から 30A まで 5A ごとに 6 種類設定し、Na₂SO₄ 電解還元水および比較用の NaCl 電解還元水を生成した。まず、各種電解質塩および電解電流値の電解還元水 200 mL をビーカーに入れ、ハンディ pH/ORP メーター(東興化学研究所、TPX-90Si)により pH 値および ORP 値を測定した。つぎにポータブル電気伝導率計(東亜ディケーター(株)、

* 原稿受付 平成 23 年 6 月 3 日

** 正 会 員 信州大学教育学部(長野市西長野 6 のロ)

*** セイコーエプソン(株)(長野県塩尻市塩尻町 390)

† 正 会 員 長野県工科大学(長野県上田市下之郷 813-8)

CM-21P), 隔膜ユニット交換方式の溶存酸素計(笠原理化工業株, DO-5F) およびポータブル溶存酸素計(東亜ディーケーケー株, DH-35A) などを用いて, Na₂SO₄, NaCl の電解還元水および電解還元水の pH 値にあわせて作製した NaOH 溶液の ORP 値, EC 値, 溶存酸素濃度および溶存酸素濃度を測定し, 比較評価を行った。また, 溶存酸素濃度を測定するとき, ポンプによって溶液を測定用の電極に供給し, 循環させる必要がある。溶液の循環による水素ガスの放出を軽減するために, 1000 mL のビーカーに 800 mL の溶液を入れて, 測定を行った。なお, ORP 値の測定に Ag/AgCl 電極を用いた。

電解還元水の生成および特性値の測定は室温において行い, 各種溶液の温度は約 20℃である。以降の実験も同様である。

2.2.2 溶存酸素濃度の経時変化

予備実験により, Na₂SO₄電解還元水の pH 値, ORP 値および EC 値の経時変化は, NaCl 電解還元水とほぼ同様になっているので, 本研究においては電解還元水中の溶存酸素濃度の経時変化のみを検討することにした。Na₂SO₄および NaCl の電解還元水について, 生成してから 5 分, 10 分および 60 分が経過したときの溶存酸素濃度を測定した。なお, 溶存酸素濃度の測定実験を行う際, 各種電解還元水 800 mL を 1000 mL の透明ガラスビーカーに入れ, 測定以外の時間ではアルミホイルでカバーして 20℃の恒温槽に保存した。また, 生成直後, および生成から 5 分, 10 分, 60 分の時点では同じ溶液について測定を行った。

2.2.3 Na₂SO₄ 電解還元水中の水素ナノバブル粒度分布の測定

NaCl 電解還元水¹⁰⁾と同様に, Na₂SO₄電解還元水中に溶解しきれない水素ナノバブルの有無を明らかにするために, 生成直後の電解電流値が 5A から 30A までの Na₂SO₄電解還元水について, オートサンプラー付濃厚系粒度アナライザー(大塚電子株, FPAR-1000Plus)を用いて, 水素ナノバブルの粒度分布を測定した。

2.3 Na₂SO₄電解還元水による時計用歯車の表面洗浄

2.3.1 試料片および洗浄溶液

洗浄用の試料片は, バフ研磨後の高級時計用の歯車である。歯車は, 材質がマルエージング鋼(大同特殊鋼株, MAS1C, Fe-18wt%Ni-8.5wt%Co-4.7wt%Mo-0.6wt%Ti-0.1wt%Al), 外形寸法がφ9.0mm×t0.25mm, モジュールが約0.12mm となっている。バフ研磨剤は創研工業株製のバフ研磨剤 D-36 で, その主な構成成分は, 酸化アルミニウムが 70.1wt%, 動物性油脂が 23.3wt%, 植物性油脂・樹脂が 4.3wt%, 鉱物性油脂が 1.2wt% となっている。

洗浄溶液は, Na₂SO₄電解還元水および比較用の純水, 現状洗浄工程に使用されている炭化水素有機溶剤(昭和電工株, ソルファイン)を使用した。ソルファインは化学名がアルキルベンゼンで, 化学式が C₉H₁₂ となっている。比重は 0.875 で水より小さい。粘度は 0.82mPa・s(20℃)である。また, 化学薬液の使用量を削減する観点から, NaOH 溶液との洗浄性能の比較実験を行わないことにした。

2.3.2 洗浄実験および評価方法

現状の洗浄工程に合わせて, 超音波洗浄器を併用して洗浄実験を行った。本研究に用いた超音波洗浄器(株エスエヌディ, US-1K)の周波数は 38kHz である。洗浄時間を 6 分に設定し, 洗浄溶液の温度は約 25℃でした。各種溶液を用いて, それぞれの試料を洗浄したあと, ドライヤで乾燥した。洗浄後の試料片について, SEM 観察(株日立ハイテクノロジーズ, FE-SEM, S-4800)および EDX 分析(株堀場製作所, EMAX ENERGY

EX-250(FE-SEM S-4800 付属))の結果を用いて評価を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 Na₂SO₄ 電解還元水の基本特性

3.1.1 特性値と電解電流値との関係

Na₂SO₄電解還元水の pH 値と電解電流値との関係に関する実験結果を図 1 に示す。比較のため, NaCl 電解還元水の測定結果も同図に示している。図中の ER water(Electrolyzed Reducing Water)は電解還元水の略称である。この実験結果からつぎのことが言える。電解電流値が大きくなるにつれ, pH 値が大きく, すなわち水素イオン濃度が低くなる。また, Na₂SO₄電解還元水は, NaCl 電解還元水とほぼ同様になっている。Na₂SO₄および NaCl の電解水を生成するとき, 電解還元水を発生する陰極の表面において, つぎのような化学反応が行われる。

式(1)より, 水酸化物イオン(OH⁻)の濃度は, 電子すなわち電解電流値と比例して大きくなるため, 電解還元水の pH 値は, 電解電流値の増加にしたがって大きくなる。このことから, 電解電流値, 言い換えれば電流密度によって電解還元水の pH 値を制御できると言える。

Na₂SO₄電解還元水, NaCl 電解還元水およびそれと同様な pH 値を有する NaOH 溶液に関する基本特性値の測定結果を図 2 に示す。同図(a), (b), (c)および(d)はそれぞれ ORP 値, EC 値, 溶存酸素濃度および溶存酸素濃度に関するものである。この測定結果からつぎのことが言える。同図(a)の ORP 値について, Na₂SO₄電解還元水は, NaCl 電解還元水とほぼ同様にマイナス側に大きく, また pH 値, 言い換えれば電解電流値が大きくなるにつれマイナス側に大きくなる。これに対して, NaOH 溶液は pH 値の増加にともない, ORP 値が+150 mV から+50 mV まで減少する。同図(b)の EC 値について, 電解還元水と NaOH 溶液は同様のレベルになっている。同図(c)の溶存酸素濃度について, Na₂SO₄電解還元水は, NaCl 電解還元水とほぼ同様で, pH 値が大きくなるにつれ高くなる。これに対して, NaOH 溶液は, pH 値の変化と関係なく 0 ppm となっている。同図(d)の溶存酸素濃度について, Na₂SO₄電解還元水は, NaCl 電解還元水と比べわずかながら低くなっている。また, Na₂SO₄および NaCl の電解還元水は pH 値が大きくなるにつれ, 溶存酸素濃度が低くなる。これに対して, NaOH 溶液の溶存酸素濃度は, pH 値の変化と関係なく, ほぼ一定の 8.8 ppm となっている。

Na₂SO₄および NaCl の電解還元水は同 pH 値を有する NaOH 溶液と比べ, ORP 値がマイナス側に大きくなっているのは, 式

Fig.1 The relation between pH value and electrolytic current

Fig.2 The measuring results about basic characteristics of Na₂SO₄ ER water (The temperature of the solution is 20°C)

(1)のように電解還元水を生成するとき、発生した水素の一部が電解還元水に溶解したためと考えている。水素(H₂, H)は還元体であり、ネルンストの式 (1)により、溶液中の還元体の濃度が高くなると、ORP 値が小さくなる。

電解還元水の EC 値は NaOH 溶液と同様のレベルになっていることから、電解還元水中の Na⁺濃度は NaOH 溶液とほぼ同様になっていると推測できる。電解電流値が大きくなるにつれ、EC 値が大きくなるのは、式(1)で発生した OH⁻イオンと同数の Na⁺が陰極電解槽に移動したためである。

NaOH 溶液と比べ、Na₂SO₄ あるいは NaCl 電解還元水中の溶存水素濃度が高くなっているのは、ORP 値がマイナス側に大きくなっている原因と同様である。すなわち、電解還元水を生成するとき、発生した水素の一部は電解還元水に溶解したためである。また、電解還元水中の溶存酸素濃度が低くなっているのは、水素の溶解によって、溶存酸素の一部を放出したためと考えている。

このことから、Na₂SO₄ 電解還元水は、NaCl 電解還元水とほぼ同様であり、NaOH 溶液と比べ、ORP 値が小さく、溶存水素濃度が高く、溶存酸素濃度が低くなっていることは特徴であると言える。

3.1.2 溶存水素濃度の経時変化

Na₂SO₄ 電解還元水は、生成から 60 分までの溶存水素濃度に関する測定結果を図 3 に示す。図中に示しているのは電解電流値が 5A、15A および 25A のものであり、その他の電解電流値の電解還元水は同様の傾向になっているので省略する。この実験結果から、Na₂SO₄ 電解還元水中の溶存水素濃度は、生成から 60 分までの間、ほぼ時間の経過に比例して低くなる。また、図示を省略しているが、生成から 10 時間が経過すると電解電流値と関係なく、Na₂SO₄ 電解還元水中の溶存水素濃度は 0.1 ppm 以下になる。それは大気中の水素分圧が低く、電解還元水中の溶存水素は溶液から空气中に放出したためである。溶存水素の精密洗浄機能を大きく発揮させるために、なるべく生成直後の電解還元水を使用した方が良いと考えられる。

3.1.3 水素ナノバブルの粒度分布

Na₂SO₄ 電解還元水中の水素ナノバブルの粒度分布に関する測定結果を図 4 に示す。同図 (a), (b) は電解電流値が 15A と 25A のものであり、その他の電解電流値の電解還元水は同様の傾向になっているので図示を省略する。この測定結果から Na₂SO₄ 電解還元水は、NaCl 電解還元水と同様に大きさ ϕ 300nm 近辺の水素バブルが存在していることを確認できた。式(1)のように電解水を生成するとき、陰極表面において一定量の水素ガスが

Fig.3 Change of DH concentration with time elapse about Na₂SO₄ ER water

(a) Electrolytic current is 15 A

(b) Electrolytic current is 25 A

Fig.4 Measurement results of the grade of DH

(a) Tips of gear teeth (b) Between of gear teeth

Fig.5 SEM image of the appearance of samples after washing

発生する。電解還元水に溶解しきれない水素は、一部分が大気に放出するが、もう一部分が静水圧などによってバブルとして溶液中に留まっていると考えられる。溶存水素の強い還元作用、超音波の照射による水素ナノバブルのキャビテーション作用などは精密洗浄に良い効果をもたらすことができるため、Na₂SO₄電解還元水は環境負荷の軽減、製造コストの削減のみではなく、洗浄効果においても十分に期待できると考えられる。

3.2 Na₂SO₄電解還元水による時計用歯車の表面洗浄

3.2.1 FE-SEM による洗浄面の観察結果

電解電流値が 15A の Na₂SO₄電解還元水、ソルファインおよび純水により洗浄を行った試料片の外観を図 5 に示す。その他の電解電流値を用いて生成した電解還元水は、15A の場合と同様な傾向になっているので省略する。同図(a), (b)は歯車の歯先部と歯間部である。純水による洗浄後の試料片表面に付着している黒い異物は研磨材の残りである。この外観観察の結果からつぎのことが言える。Na₂SO₄電解還元水による洗浄後の試料片表面は、有機溶剤ソルファインによる洗浄面とはほぼ同様で、低倍率での観察では研磨材微粒子の残留が確認されなかった。これに対して、純水による洗浄後の試料片表面において、研磨材微粒子が多量に残留して、表面の清浄度は極めて低い。よって、以降の洗浄後の試料片表面に関する詳細な観察および分析は、Na₂SO₄電解還元水およびソルファインによる洗浄面のみにについて行い、純水による洗浄面を省略する。

3.2.2 詳細観察および分析

Na₂SO₄電解還元水およびソルファインによる洗浄後の試料片表面に関する詳細な観察結果を図 6 に示す。同図(a), (b)はそれぞれ試料片の平滑部と加工により生じたカエリ（バリ）部の異物残留量をもっとも多いと思われる箇所に関するものである。図 6(a)より試料片の平滑部においてはソルファインと比べ電解還元水による洗浄面の異物付着が多くなっていることが確認できる。異物の付着部分について EDX 分析および元素の平面分布分析（マッピング）結果から、どちらの試料片においても、Al と O が検出されたため、研磨材の残留であると判断した。図 6(b)より、試料片のカエリ部においては、電解還元水およびソルファインのどちらを用いても、同レベルの汚れを残留していると確認できる。カエリ部の汚れについて、元素の平面分布分析を行った結果を図 7 に示す。同図(a), (b)はそれぞれ Na₂SO₄

(a) Smoothness area

(b) Burr area

Fig.6 SEM images of smoothness area and burr area

Fig.7 Image of element mapping results

電解還元水およびソルファインにより洗浄したものである。この分析結果から、つぎのことが言える。電解還元水により洗浄した試料片のカエリ部における汚れの主な化学組成は Na と O である。これに対して、ソルファインを用いた場合、カエリ部の主な化学組成は Al と O となる。すなわち、電解還元水を用いた試料片のカエリ部の汚れは、洗浄後試料片を乾燥するとき、電解還元水中のナトリウムイオンの残留によるもの、ソルファインを用いた場合の汚れは研磨材の残留によるものと判断できる。また、電解還元水により洗浄した表面のカエリ部について EDX 分析を行い、その結果、Na が 27.1 wt%, O が 32.4wt%, C が 9.9wt%の他に、試料片の構成成分である Fe が 23.4wt%, Ni が 5.2wt%となり、Al が検出されなかった。EDX 分析の結果からも、電解還元水を用いた試料片のカエリ部の汚れは、ナトリウムイオンの残留に起因していると判断できる。電解還元水による洗浄後、純水でリンスを行えばナトリウムイオン残渣による汚れを除去できると推測されるが、詳細な検討については今後の課題とする。

上述の FE-SEM による観察、および元素の平面分布分析、EDX 分析の結果から、炭化水素有機溶剤ソルファインと比べ、電解還元水を用いた場合、試料片の平滑部について洗浄効果が低下するが、カエリ部などについては、研磨材を除去する性能が高くなる。これは両者の研磨材除去のメカニズムに起因していると考えられる。

ソルファインは主に油脂に対する強い溶解作用によって、研磨材を除去している。これに対して、電解還元水は、つぎのような幾つかの作用の結果、研磨材を除去していると考えられる。まず、電解還元水はアルカリ性なので、アルカリ性の溶液における研磨材微粒子と試料片との界面にマイナスゼータ電位が生じて、電気的な反発作用、研磨剤中の油脂を乳化させる作用が生じる。つぎに、電解還元水の溶存水素により生じた H ラジカルの作用は、研磨材微粒子の除去を促進できる^{12,13)}。さらに、電解還元水が超音波に照射されるとき、水素ナノバブルのキャビテーション作用が生じる。このようにソルファインを用いた場合、試料片の平滑部においては、ソルファインと研磨剤とは均一に接触でき、効率がよく、研磨剤の油脂を溶解し、研磨材を除去できる。試料片のカエリ部においては、残留した研磨剤の体積に対して、ソルファインと研磨剤との接触面積が小さくなり、洗浄時間が一定の場合、研磨材を除去しきれなくなると推測できる。これによって、ソルファインにより洗浄した試

料片のカエリ部において、研磨材が多く残留してしまう。一方、電解還元水の場合、超音波の振動により発生した水素ナノバブルのキャビテーション作用とその他の作用の相乗効果によって、カエリ部の研磨材を除去したと推測されるが、詳細について今後引き続き検討していく。

電解還元水はソルファインと比べ、平滑部における洗浄効果が低い、カエリなどの凹凸部においては高い洗浄性能を持っている。さらに、環境および人体に優しく、コストが低い、優れた表面洗浄溶液として期待できると考えられる。

4. 結 言

以上の検討によって、以下の事項を明らかにした。

- (1) Na₂SO₄電解還元水は、NaCl 電解還元水とほぼ同様な特性を持っている。同 pH 値を有する NaOH 溶液と比べ、ORP 値が小さく、溶存水素濃度が高く、溶存酸素濃度が低くなっている。また、φ300nm 近辺の水素ナノバブルが存在している。
- (2) Na₂SO₄電解還元水の特性と電解電流値との関係について、電解電流値が大きくなるにつれ、pH 値が大きくなり、ORP 値が小さく、溶存水素濃度が高く、溶存酸素濃度が低くなる。
- (3) Na₂SO₄電解還元水中の溶存水素濃度は、生成から 60 分までの間では、ほぼ時間の経過に比例して低くなる。また、電解還元水中の水素ナノバブルの大きさは、電解電流値の大きさに大きく左右されない。
- (4) バフ研磨後の精密部品の研磨材除去洗浄性能について、Na₂SO₄電解還元水は有機溶剤ソルファインと比べ、平坦部においては低い、カエリなどの凹凸部においては高くなっている。

謝 辞

本研究の一部は日本学術振興会科学研究費補助金（基盤研究(c), 課題番号 22560717 平成 22 年度）を得て行われたものであることを付記し、ここに深く謝意を表す。また、卒論学生中島佳央莉、野沢知加、菅祐美子諸君に感謝の意を表す。

参 考 文 献

- 1) 菊池正典：半導体のすべて、日本実業出版社(2003)140.
- 2) 佐藤運海、竹ノ内敏一、若林信一、佐藤元太郎：無酸素銅材の表面に及ぼす希薄 NaCl 電解水の影響、精密工学会誌、72,12(2006)1499.
- 3) 佐藤運海、竹ノ内敏一、若林信一、佐藤元太郎：リードフレーム用銅合金の表面に及ぼす希薄 NaCl 電解酸化水の影響、精密工学会誌、74,9(2008)949.
- 4) 佐藤運海、竹ノ内敏一、山崎隆夫：純ニッケル材の表面に及ぼす NaCl 電解酸化水のエッチング作用、精密工学会誌、76,6(2010)633.
- 5) 佐藤運海、竹ノ内敏一、山崎隆夫：電解酸化水を用いた Fe-42wt%Ni 合金の表面酸化皮膜の除去、精密工学会誌、76,10(2010)1141.
- 6) 佐藤運海、竹ノ内敏一、若林信一、佐藤元太郎：工業用純鉄材の表面に及ぼす希薄 NaCl 電解水の影響、精密工学会誌、75,6(2009)747.
- 7) 佐藤運海、竹ノ内敏一、田中博志、山崎隆夫、若林信一、佐藤元太郎：電解還元水を用いた炭素鋼切削面の脱脂洗浄、精密工学会誌、70,2(2004)281.
- 8) 佐藤運海、竹ノ内敏一、若林信一、佐藤元太郎：電解水を用いたシリコンウエハの超精密洗浄、精密工学会誌、71,6(2005)756.
- 9) 佐藤運海、竹ノ内敏一、原 宏、山崎隆夫、若林信一：電解還元水を用いたステンレス鋼のエンドミル加工、日本機械学会論文集 C 編、72,718 (2006) 1987.
- 10) 佐藤運海、竹ノ内敏一、山崎隆夫：希薄 NaCl 電解水の基本特性の解明、精密工学会誌、75,7(2009)902.
- 11) 渡辺正、中林誠一郎：電子移動の化学—電気化学入門、朝倉書店(2004)60.
- 12) 日本産業洗浄協議会編：初歩から学ぶ機能水、工業調査会(2004)132.
- 13) 陶山正夫編集：エレクトロニクス洗浄技術、技術情報協会(2007)248.