

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日  
2017年11月9日(09.11.2017)



(10) 国際公開番号

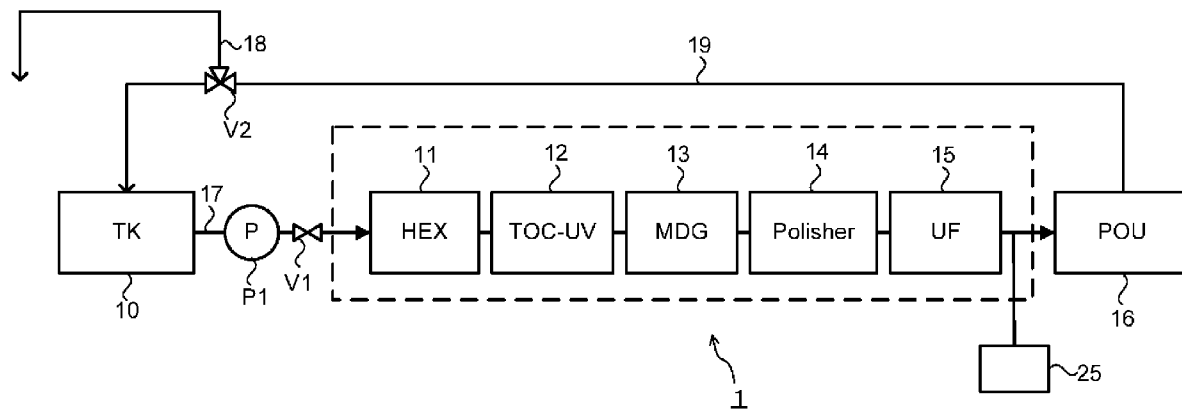
WO 2017/191829 A1

- (51) 国際特許分類:  
*B08B 9/032* (2006.01)    *B08B 3/12* (2006.01)  
*B01D 61/14* (2006.01)    *B08B 7/02* (2006.01)  
*B08B 3/08* (2006.01)    *C02F 1/44* (2006.01)  
*B08B 3/10* (2006.01)
- (21) 国際出願番号:                    PCT/JP2017/017139
- (22) 国際出願日:                    2017年5月1日(01.05.2017)
- (25) 国際出願の言語:                    日本語
- (26) 国際公開の言語:                    日本語
- (30) 優先権データ:  
特願 2016-093121    2016年5月6日(06.05.2016)    JP
- (71) 出願人: 野村マイクロ・サイエンス株式会社 (NOMURA MICRO SCIENCE CO., LTD.)
- [JP/JP]; 〒2430021 神奈川県厚木市岡田 2 丁目 9 番 8 号 Kanagawa (JP).
- (72) 発明者: 雨宮 晋一郎 (AMAMIYA Shinichiro); 〒2430021 神奈川県厚木市岡田 2 丁目 9 番 8 号 野村マイクロ・サイエンス株式会社内 Kanagawa (JP). 坂井 直弥 (SAKAI Naoya); 〒2430021 神奈川県厚木市岡田 2 丁目 9 番 8 号 野村マイクロ・サイエンス株式会社内 Kanagawa (JP). 鈴木 規彦 (SUZUKI Norihiko); 〒2430021 神奈川県厚木市岡田 2 丁目 9 番 8 号 野村マイクロ・サイエンス株式会社内 Kanagawa (JP). 阿部 俊和 (ABE Toshikazu); 〒2430021 神奈川県厚木市岡田 2 丁目 9 番 8 号 野村マイクロ・サイエンス株式会社内 Kanagawa (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人サクラ国際特許事務所 (SAKURA PATENT OFFICE, P.C.); 〒1010047

(54) Title: METHOD FOR STARTING ULTRAPURE WATER PRODUCTION APPARATUS

(54) 発明の名称: 超純水製造装置の立ち上げ方法

[図1]



(57) Abstract: Provided is a method for starting an ultrapure water production apparatus (1) whereby the phenomenon of hunting for a fine particle count after the start of ultrapure water production can be suppressed and ultrapure water having an extremely low concentration of fine particles can be stably obtained. A method for starting an ultrapure water production apparatus (1), comprising cleaning an inside system of the ultrapure water production apparatus (1) prior to supplying of ultrapure water to a usage location in an ultrapure water production apparatus (1) for processing primary pure water to produce ultrapure water and supplying the ultrapure water to the usage location, wherein pure water containing hydrogen peroxide or a gas is caused to accumulate in or flow through a flow channel of the ultrapure water production apparatus (1), vibration is imparted from the outside to at least a portion of the flow channel, and fine particles adhering to an inside surface of the flow channel are removed.

WO 2017/191829 A1

東京都千代田区内神田一丁目18番14号ヨシザワビルTokyo (JP).

- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 一 国際調査報告(条約第21条(3))

---

(57) 要約: 超純水製造開始後の微粒子数のハンチング現象を抑制し、微粒子濃度の極めて低い超純水を安定して得ることのできる超純水製造装置(1)の立ち上げ方法を提供する。一次純水を処理して超純水を製造し、使用場所へ供給する超純水製造装置(1)において、前記超純水を前記使用場所へ供給するに先立ち、前記超純水製造装置(1)系内を洗浄する超純水製造装置(1)の立ち上げ方法であって、前記超純水製造装置(1)の流路に、過酸化水素又は気体を含有する純水を滞留ないし通流させて、前記流路の少なくとも一部に、外部から振動を与え、前記流路の内表面に付着した微粒子を除去する。

## 明 細 書

発明の名称：超純水製造装置の立ち上げ方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、超純水製造装置の立ち上げ方法に関する。

### 背景技術

[0002] 従来から、半導体デバイス、液晶ディスプレイ、シリコンウエハ、プリント基板等の電子部品製造工程においては、イオン性物質、微粒子、有機物、溶存ガス及び生菌等の不純物含有量が極めて少ない超純水が使用されている。近年、半導体デバイスの集積度の向上にともなって、超純水の純度に対する要求は益々厳しくなっている。例えば、最先端の半導体製造用超純水の仕様は、抵抗率 $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上、 $0.05\mu\text{m}$ 以上の微粒子数は $1\text{個}/\text{mL}$ 以下、全有機炭素（TOC）濃度は $1\mu\text{gC}/\text{L}$ 以下と要求水質はより厳しくなる傾向にある。

[0003] このような超純水は、一般的には前処理装置、一次純水システム、二次純水システム（サブシステム）で構成される超純水製造システムで、工業用水、市水、井水等の原水を処理して製造される。製造された超純水は、使用場所としてのユースポイントに供給される。

[0004] 前処理装置は、凝集沈澱装置や砂ろ過装置等を用いて原水を除濁して前処理水を得るものである。一次純水システムは、活性炭装置、逆浸透膜装置、2床3塔式イオン交換樹脂装置、真空脱気装置、紫外線酸化装置、混床式イオン交換樹脂装置、精密フィルター等を適宜選択して用い、前処理水中の不純物を除去し、一次純水を得るものである。二次純水システム（サブシステム）は、一次純水を一時的に貯留する（一次）純水タンクの下流側に、例えば、熱交換器、紫外線酸化装置、非再生型の混床式イオン交換樹脂装置（Polisher）、脱気膜装置、限外ろ過装置等を備えて構成される。

[0005] 超純水製造装置の新規設置後の立ち上げ時あるいは定期検査等による休止後の再立ち上げ時には、系内に混入あるいは発生する、上記のような不純物

を除去してユースポイントにおける超純水が所望の水質に至るまで超純水製造装置を洗浄する立ち上げ運転を行う。そのため、超純水製造装置の起動時から所望の水質の超純水をユースポイントで使用できるまでには立ち上げ期間が必要であるが、近年、工場の稼働効率の向上を目的として、装置の立ち上げ期間の短縮が強く求められている。

[0006] 超純水製造装置の立ち上げ運転時の洗浄方法としては、超純水によるフラッシング・ブロー、超純水の循環、温水洗浄、過酸化水素水洗浄、アルカリ洗浄（塩基性水溶液洗浄）などが行われていた。また、オゾンや水素等の機能性ガスを溶解させた超純水（機能水）や界面活性剤を使った洗浄方法なども提案されていた。

[0007] 例えば、特許文献1には、超純水製造装置内の超純水との接触面に付着した微粒子の表面電位を変化させることにより、微粒子を除去する方法が開示されている。また、特許文献2には、塩基性洗浄液による循環洗浄を行う工程、純水による塩基性洗浄液の押し出しとリンスとを行う工程、過酸化水素洗浄液による循環及び／又は浸漬洗浄を行う工程、及び、純水による過酸化水素洗浄液の押し出しとリンスとを行う工程を順に行う超純水製造供給装置の洗浄方法が開示されている。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0008] 特許文献1：特開2002-052322号公報

特許文献2：特開2006-297180号公報

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0009] しかしながら、上記した従来の洗浄方法では、 $0.05\ \mu\text{m}$ 以上の微粒子数をおおよそ $1\ \text{pcs.}/\text{mL}$  ( $1000\ \text{pcs.}/\text{L}$ ) 以下程度まで低減できるものの、 $1\ \text{pcs.}/\text{mL}$ 以下で、所定の時間微粒子数が断続的に上昇するハンチング現象が生じており、立ち上げ運転後に製造される超純水中

の微粒子数が安定的に低下されていないことが見出された。すなわち、上記従来の洗浄方法等による立ち上げ運転後に、微粒子数の測定を続けたところ、微粒子数が一時的に急上昇するハンチング現象が数時間から数日に1回程度あらわれ続けることが分かった。この場合、ハンチング現象を消失させるために超純水製造装置系内に純水を通流させることが行われるが、ハンチング現象の消失には、約1か月から数か月程度かかることが分かった。

[0010] また、近年、超純水の水質として、 $0.02\ \mu\text{m}$ 以上の微粒子数 $1\ \text{pcs}/\text{mL}$ 以下が要求されてきている。上記した水質を得るためには、従来の洗浄方法による超純水製造装置の立ち上げ運転後のハンチング現象が完全になくなるまで、早くても数か月～半年程度、場合によっては半年～1年程度の長期間かかることが明らかになってきた。そのため、より立ち上げ期間を短縮できる立ち上げの方法が必要となってきた。

[0011] 本発明は上記した課題を解決するためになされたのものであって、超純水製造開始後の微粒子数のハンチング現象を抑制し、微粒子濃度の極めて低い超純水を安定して得ることのできる超純水製造装置の立ち上げ方法を提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

[0012] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法は、一次純水を処理して超純水を製造し、使用場所へ供給する超純水製造装置において、前記超純水を前記使用場所へ供給するに先立ち、前記超純水製造装置系内を洗浄する超純水製造装置の立ち上げ方法であって、前記超純水製造装置の流路に、過酸化水素又は気体を含有する純水を滞留ないし通流させて、前記流路の少なくとも一部に、外部から振動を与え、前記流路の内表面に付着した微粒子を除去することを特徴とする。

[0013] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記振動は600ガル以上であることが好ましい。

[0014] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記気体は、窒素、二酸化炭素及び水素から選ばれる1種以上であることが好ましい。また、前記

流路に通流される純水の水圧は、前記超純水製造装置において超純水を製造する際の水圧以上、かつ超純水を製造する際の水圧の2倍以下であることが好ましい。

[0015] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記流路に通流される前記過酸化水素又は気体を含有する純水の温度は10℃～45℃であることが好ましい。

[0016] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記超純水製造装置は、微粒子除去手段を備え、前記微粒子除去手段の流路に前記振動を与えることが好ましい。

[0017] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記超純水製造装置の流路を構成する継手、バルブ、曲管部及び分岐部から選ばれる1種以上に前記振動を与えることが好ましい。

[0018] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記過酸化水素から発生する酸素又は前記気体が前記純水中に過飽和で溶解されることが好ましい。

[0019] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記過酸化水素又気体を含有する純水中に、気泡が含有されることが好ましい。

[0020] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法において、前記微粒子を除去した後、前記流路に純水を通水して前記過酸化水素又は気体を含有する純水を前記超純水製造装置系外に排出させることが好ましい。

### 発明の効果

[0021] 本発明の超純水製造装置の立ち上げ方法によれば、超純水製造開始後の微粒子数のハンチング現象を抑制し、微粒子濃度の極めて低い超純水を安定して得ることができる。

### 図面の簡単な説明

[0022] [図1]本発明の立ち上げ洗浄対象である超純水製造装置の一例を概略的に表わすブロック図である。

[図2]図1に示す超純水製造装置1を二次純水システムとして備える超純水製

造システムを概略的に表わすブロック図である。

[図3]実施例で、洗浄が十分に行われた場合の経過時間と微粒子数の関係を示すグラフである。

[図4]比較例で、洗浄が十分に行われない場合の経過時間と微粒子数の関係を示すグラフである。

### 発明を実施するための形態

[0023] 以下、図面を参照して、本発明の実施形態を詳細に説明する。

(第1の実施形態)

図1に示すように、本発明の立ち上げ洗浄対象である超純水製造装置1は、一次純水を一時的に貯留する一次純水タンク(TK)10の下流側に、水処理の単位装置として、水温調節のための熱交換器(HEX)11、有機物を分解する紫外線酸化装置(TOC-UV)12、膜式脱気装置(MDG)13、非再生型混床式イオン交換樹脂装置(Polisher)14、微粒子を除去する微粒子除去手段としての、限外ろ過装置15を備えて構成される。超純水製造装置1は、超純水の使用場所としてのユースポイント(POU)16に接続されて、製造された超純水をユースポイント16に供給する。また、超純水製造装置1は、ユースポイント16で使用されない超純水を一次純水タンク10に循環させる循環配管19を備えている。

[0024] また、超純水製造装置1は、上記水処理の各単位装置を接続し、被処理水を通流させる処理水配管17と、処理水配管17に介挿され、一次純水タンク10内の一次純水を下流側に送液するポンプP1と、処理水配管17のポンプP1の下流側に介挿され、超純水製造装置1への一次純水の供給及び停止を切り替えるためのバルブV1を備えている。処理水配管17の、限外ろ過装置15の後段には、水中の微粒子数を測定する微粒子計25が接続されている。また、循環配管19には、系外に水を排出するドレン配管18が、三方バルブV2を介して、接続されている。

[0025] 超純水製造装置1内の流路は、配管やチューブから構成されるが、本実施形態では、流路の途中に適宜タンク、ポンプ、継手、バルブ及びその他の設

備が配置されたものも含めて流路と称する。このような被処理水の流路を構成する材料としては、超純水中への成分の溶出の少ない材料であればよく、例えば、ポリ塩化ビニル（PVC）、ポリフェニレンサルファイド（PPS）、ポリフッ化ビニリデン（PVDF）、繊維強化プラスチック（FRP）、テトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体（PFA）、ステンレス鋼等を用いることができる。

[0026] 本実施形態の超純水製造装置の立ち上げ方法は、超純水製造装置1の上記流路の内表面に付着した微粒子を除去する目的で、上記超純水の製造に先立ち、次のように、洗浄工程、脱薬工程、フラッシング工程を経て行われる。

[0027] まず、三方バルブV2を、ドレン配管18側から一次純水タンク10側に切り替え、バルブV1を開いて、ポンプP1を稼働させる。これにより、一次純水タンク10内に貯留された一次純水（純水）を超純水製造装置1内へ通流させ、さらに、循環配管19を介して循環させる。

[0028] そして、超純水製造装置1に通流させる一次純水に、過酸化水素又は気体を溶解させる。また、超純水製造装置1の流路内に、上記過酸化水素又は気体を溶解させた一次純水（以下「気体溶解水」ともいう。）を滞留ないし流通させている状態で、超純水製造装置1の流路の少なくとも一部に外部から振動を与える（洗浄工程）。

[0029] 超純水製造装置1の流路に上記振動を印加することで、流路の内表面に付着した微粒子に振動エネルギーが与えられ、これにより微粒子を流路の内表面から剥離させ、気体溶解水中に分散させて除去することができる。また、上記気体溶解水中の気体が気泡となることで、流路の内表面からの微粒子の剥離を促進させることができる。

[0030] また、一次純水中の気体は、振動による微粒子の除去効果を向上させる効果がある。すなわち、本発明者らの種々の検討の結果、一次純水中の気体が過飽和、もしくは過飽和に近い状態であると、その状態で振動が加わることにより、微粒子の除去効果を向上させると考えられることが分かった。なお、過酸化水素は、水中で分解して酸素となり、同様の状況を作り出している

ものと考えられる。

[0031] 上記一次純水に溶解させる気体としては、窒素、水素、二酸化炭素が挙げられる。なかでも、窒素であることが好ましい。

[0032] 一次純水に過酸化水素又は気体を溶解させる方法としては特に限定されない。例えば、気体を溶解させる方法としては、膜式脱気装置13を、気体溶解装置として使用し、脱気膜を溶解膜として気体を溶解させる方法がある。また、一次純水タンク10の上部は、気密に封止され、窒素パージされているのが通常であるので、一次純水タンク10内の一次純水には窒素が溶解されている。膜式脱気装置13を停止した状態で、一次純水タンク10から一次純水を供給すれば、窒素溶解水を供給することができる。

[0033] また、酸化水素又は気体を一次純水に溶解させる方法としては、超純水製造装置1に供給する一次純水又は超純水製造装置1系内を循環する一次純水に、過酸化水素又は気体を溶解させる方法でもよい。この場合、例えば洗浄対象とする単位装置あるいは単位装置群の直前の処理水配管17に、薬注ポンプ等によって、過酸化水素又は気体の溶解された純水を注入する方法等を採用することができる。また、あらかじめ過酸化水素又は気体を溶解させた一次純水を超純水製造装置1に供給し、系内を循環させてもよい。

[0034] 過酸化水素又は気体の濃度は、気泡を発生させることのできる量であれば特に限定されないが、過酸化水素又は気体の当該温度での溶解度に対して、1～3倍の気体が溶解した状態となればよい。過酸化水素又は気体の濃度は、通流させる一次純水に対して、窒素の場合、24 mg/L～60 mg/Lであることが好ましい。水素の場合、1.2 mg/L～3 mg/Lであることが好ましい。過酸化水素の場合は、1質量%～5質量%の濃度で添加することが好ましい。これにより、過酸化水素の分解によって生じた酸素が、8 mg/L～25 mg/L溶解した状態になる。なお、気泡とは、数ミクロンから数百ミクロンの気泡であり、上記酸素又は気体が過飽和で溶解した一次純水に、振動を加えることによって生じさせることができる。

[0035] ポンプP1による気体溶解水の供給時の圧力は、特に限定されないが、超

純水製造時における超純水製造装置 1 への一次純水の供給圧の、3～4 割小さい圧力以上で 2 倍以下の圧力程度であることが好ましい。また、気体溶解水の供給時の圧力は、循環配管 19 内の、限外ろ過装置 15 の透過側の圧力が、超純水製造時における同箇所の圧力の 3～4 割小さい圧力以上で 2 倍以下の圧力程度であることが好ましい。気体溶解水の供給圧が小さすぎると、溶解水の濃度が十分でなくなり、流路からの微粒子の剥離促進効果が低下することがある。また、大きすぎると、振動を与える際に、気泡量が多すぎるため、巨大気泡が発生し、微粒子の剥離促進効果が低下することがある。具体的には、立ち上げ運転時のポンプ P 1 による気体溶解水の供給圧は例えば、0.2 MPa～0.5 MPa である。

[0036] また、気体溶解水中の気体を過飽和、又は過飽和に近い状態とするために、超純水製造装置 1 内に循環される気体溶解水の水温を上昇させることが好ましい。熱交換器によって、循環系内の水を冷却している場合には、これを停止することで、水温を上昇させることができる。また、熱交換器に熱源を供給して水温を上昇させてもよい。

[0037] 流路内を通流される気体溶解水の温度は、10℃～45℃であることが好ましく、10℃～40℃であることがより好ましく、25℃～40℃であることがさらに好ましい。これにより、気体の溶解度が低下されることで、上記気体からの気泡の発生を促進して、流路からの微粒子の剥離促進効果を向上させることができる。

[0038] また、気体溶解水中の気体を過飽和、又は過飽和に近い状態とするために、上記振動を与える際、又は振動を与える直前に、バルブ V 1、三方バルブ V 2 又は超純水循環系内に設置されたその他のバルブの開度を調整することや、ポンプの出力を調整することなどによって、循環系内の圧力を下げることが好ましい。

[0039] 気体溶解水の通流時間は、超純水製造装置 1 を構成する流路の長さや内径にもよるが、例えば、5分～60分であればよい。また、気体溶解水の流速についても特に限定されず、例えば、好ましくは 0.001 m/s～3.0

m/s、より好ましくは、0.5 m/s～2.0 m/sであればよい。

[0040] このようにして、上記過酸化水素又は気体が所定の濃度で過飽和の状態に達したら過酸化水素又は窒素の供給を停止する。そして、上記気体溶解水を超純水製造装置1系内に循環させている状態で、超純水製造装置1の流路の少なくとも一部に外部から振動を与える。

[0041] 振動を与える際には、ポンプP1の吐出圧を、例えば、気体溶解水の供給時のポンプP1の吐出圧以下、好ましくは、気体溶解水の供給時のポンプP1の吐出圧の25～75%で運転して、気体溶解水を超純水製造装置1系内に循環させてもよい。これは、振動を与える際の気体溶解水の供給圧が高すぎると、気泡の発生が十分でなくなり、流路からの微粒子の剥離促進効果が低下することがあるからである。また、振動を与える際には、気体溶解水は、超純水製造装置1の流路内に滞留させてもよく、この場合は、ポンプP1を停止すればよい。

[0042] 流路に与える振動としては、600ガル(Gal)以上であることが好ましく、700Gal以上であることがより好ましい。また、流路に与える振動は、100000Gal以下であることが好ましい。流路に与えられる振動は大きい方が、微粒子を流路の内表面から剥離させる効果は大きい、振動が大きすぎると配管の劣化や破損が生じるおそれがあるためである。

[0043] 振動を与える時間は、振動を与える場所や振動の大きさにもよるが、おおよそ、1分～5分程度である。

[0044] 振動を与える方法としては、特に限定されず、素手又は木槌やハンマー等の工具で流路を叩く方法、超音波振動を与える方法等が挙げられる。ここで、例えば、素手で叩いた場合に流路に与える振動は800Gal以上、木槌では、1400Gal以上、超音波では5000Gal以上程度である。流路に与えられる振動は、例えば、振動分析計によって測定することができる。

[0045] 振動を与える場所としては特に限定されないが、例えば、ポンプP1の入り口側から、ユースポイント16までの処理水配管17、循環配管16及び

各单位装置において被処理水が通流される流路の、上記バルブや継ぎ手などの接続部分や、曲管部又は分岐部であることが好ましい。このような接続部分や、曲管部又は分岐部の流路内表面には、微粒子が滞留して付着し易い。本実施形態の立ち上げ方法によれば、このような微粒子に対しても優れた剥離、除去効果を得ることができる。

[0046] また、振動を与える場所としては、超純水製造装置 1 に備えられる微粒子除去手段、例えば限外ろ過装置 15 の流路であることが好ましい。微粒子除去手段としては、限外ろ過装置 15 以外にも、マイクロフィルター（MF）や、ナノフィルター（NF）が備えられることがあるが、この場合、これらのマイクロフィルター（MF）や、ナノフィルター（NF）の流路に振動を与えてもよい。限外ろ過装置 15 や、上記マイクロフィルター、ナノフィルターなどの微粒子除去手段の流路の内表面には、超純水製造装置 1 の上流側から流れてきた微粒子が滞留し付着することがあるためである。さらに、限外ろ過装置 15 の流路を構成するバルブや継ぎ手などの接続部分や、曲管部又は分岐部には、特に微粒子が滞留し易い。この、滞留した微粒子により超純水製造開始時にハンチング現象を起こしやすいため、このような接続部分や曲管部に上記振動を与えることが好ましい。

[0047] 振動を与える場所として、具体的に、微粒子除去手段を構成する装置内の流路と、当該装置内の流路の前後（上流側及び下流側）のそれぞれ 1 m 以内の流路に振動を加えると、超純水製造装置 1 の立ち上げ期間の短縮に対して、より効果的である。

[0048] なお、上記超純水製造装置 1 の立ち上げ運転時には、非再生型混床式イオン交換樹脂装置 14 をバイパスするバイパス管（図示せず）を設けて、非再生型混床式イオン交換樹脂装置 14 をバイパスして、気体溶解水を通流させることが好ましい。

[0049] このようにして、洗浄工程を行った後、振動を停止し、その後、超純水製造装置 1 内の気体溶解水を排出する脱薬工程を行う。例えば、超純水製造装置 1 内に過酸化水素も気体も含まない一次純水を供給し、かつ、循環配管 1

9に介挿された三方バルブV2を一次純水タンク10側から、ドレン配管18側に切り替えて、ドレン配管18を介して気体溶解水を系外に排出して脱薬工程が行われる。

[0050] 脱薬工程は、超純水製造装置1の大きさや、超純水の流量にもよるが、30～300分程度行う。脱薬工程によって、気体溶解水を系内から十分排出させた後、続いて、フラッシング工程を行う。フラッシング工程では、上記非再生型混床式イオン交換樹脂装置14をバイパスさせた場合には、上記バイパス管から、非再生型混床式イオン交換樹脂装置14に流路が切り替えられる。循環配管19に介挿された三方バルブV2をドレン配管18側から一次純水タンク10側に切り替えて、超純水を循環させる。フラッシング工程において系内を循環される超純水の一部は、例えば、限外ろ過装置15の濃縮水として、超純水製造装置1系外に排出されることが好ましい。

[0051] フラッシング工程時に、微粒子計25によって、超純水中の微粒子を継続的に測定することが好ましい。超純水製造装置1内が十分に洗浄されている場合には、微粒子の測定値は、次第に減少し、最終的に微粒子数は0 p c s . / Lとなる。この場合には、続いて、超純水の製造を開始することができる。微粒子計としては、オンラインで微粒子数を測定できるものが好ましく、例えば、Particle Measuring Systems製の、UDI-20等を使用することができる。

[0052] 一方、洗浄工程における微粒子洗浄が十分に行われなかった場合には、微粒子数は0 p c s . / Lに達しないばかりか、一時的に微粒子数が急増する現象（ハンチング現象）が断続的に生じる。これは、流路内に洗浄不十分な箇所が存在し、この部分から微粒子が排出されるためと推測される。この場合には、超純水水質が劣化するので、超純水の製造を開始せず、ハンチング現象が減少するまで、フラッシングを継続する必要があることがある。

[0053] このようにして、超純水製造装置1の立ち上げ運転を行った後に、超純水の製造が開始される。

[0054] 図2は、図1に示す超純水製造装置1を二次純水システムとして備える超

純水製造システム2を概略的に表わすブロック図である。超純水製造システム2は、前処理装置20と、一次純水システム30を備えている。一次純水システム30の後段には、一次純水タンク10が接続され、この一次純水タンク10を介して超純水製造装置（二次純水システム）1が接続されている。

[0055] 超純水製造システム2による超純水の製造は次のように行われる。例えば、市水、井水、工業用水等の原水が、前処理装置20及び一次純水システム30で順に処理されて一次純水が製造される。

[0056] 前処理装置20は、原水を除濁して前処理水を製造するものであり、例えば、凝集沈澱装置や砂ろ過装置等を備えている。一次純水システム30は、前処理水を処理して一次純水を製造するものであり、活性炭装置、逆浸透膜装置、陽イオン交換樹脂装置、陰イオン交換樹脂装置、2床3塔式イオン交換樹脂装置、真空脱気装置、紫外線酸化装置、混床式イオン交換樹脂装置、精密フィルター等を適宜選択して構成される。一次純水は例えば、比抵抗値が $1.7\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上、TOC濃度が $3\ \mu\text{g C/L}$ 以下であり、 $0.02\ \mu\text{m}$ 以上の微粒子数が $1\ \text{pcs./mL}$ 以下である。

[0057] 次に、この一次純水は、一次純水タンク10に一旦貯留された後、二次純水システム1（図1に示す超純水製造装置1）に供給され、ここで、超純水が製造される。製造された超純水はユースポイント16に供給される。

[0058] このとき、上記実施形態の立ち上げ方法によって、二次純水システム1（超純水製造装置1）の流路の内表面に付着した微粒子が除去されているため、超純水製造開始後にも、比抵抗値が $1.8.2\ \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上、TOC濃度が $1\ \mu\text{g C/L}$ 以下であり、微粒子数が $1\ \text{pcs./mL}$ 以下の水質が安定的に維持された超純水をユースポイント16に供給することができる。

[0059] なお、上記では、一般的な超純水製造システムに備えられる循環配管系、すなわち、POU（使用場所）へ超純水を供給する、循環配管を有した超純水製造装置の流路の洗浄方法について説明したが、これに限定されない。例えば、通常、超純水製造システムにおいて、一次純水タンク10の上流側に備

えられる一次純水製造装置や、上記で説明した超純水製造装置の下流側に必要に応じて備えられる三次純水製造装置の立ち上げに対しても、同様に適用することができる。

## 実施例

[0060] 次に、本発明の実施例について説明する。本発明は以下の実施例に限定されない。

[0061] (実施例1)

図1に示す超純水製造装置と同様の二次純水システムを用い、立ち上げ運転を次のように行った。

[0062] 実施例及び比較例で用いた装置の仕様は次のとおりである。

熱交換器 (HEX)

プレート式熱交換器、チタン製、(株)日阪製作所社製

紫外線酸化装置 (TOC-UV)

商品名: SUV-ST、日本フォトサイエンス(株)社製

非再生型混床式イオン交換樹脂装置 (Polisher)

ポリテトラフルオロエチレンでライニングした内径φ400mmの容器に、カチオン樹脂とアニオン樹脂を混合して210L充填、野村マイクロサイエンス(株)社製

脱気膜装置 (MDG)

商品名: G284、ポリポア製

限外ろ過装置 (UF)

商品名: OLT-6036HA、旭化成ケミカルズ(株)社製

オンライン微粒子計

商品名: UDI-20、Particle Measuring Systems製

[0063] 先ず、非再生型混床式イオン交換樹脂装置をバイパスするバイパス配管を設けて、非再生型混床式イオン交換樹脂装置をバイパスさせた。一次純水タンクの後段に設置されたバルブを開いて、一次純水タンク下流側のポンプを

稼働させ、一次純水タンク内に貯留された一次純水を二次純水システム内へ通流させた。この際、ユースポイントから一次純水タンクを接続する循環配管を設け、一次純水を一次純水タンクに循環させた。ポンプの吐出圧は、0.3 MPaとした。

[0064] また、熱交換器の入り口側の配管に分岐配管を設け、これに薬注ポンプを接続して、この薬注ポンプによって過酸化水素を溶解させた超純水（過酸化水素水）を、一次純水タンクから供給される一次純水に供給した。過酸化水素濃度は、超純水製造装置1内に通流させる一次純水に対して1質量%となるように供給した。過酸化水素水を供給する際の、上記ポンプの吐出圧は、0.3 MPaとした。その後、過酸化水素の供給を停止した。一次純水の循環運転は継続した。

[0065] また、同時に、二次純水システムの、限外ろ過装置に備えられた流路の供給水側、透過水側の配管、バルブ、及び分岐部分を木槌で叩いて振動を与えた。振動を与えた時間は、5分、木槌による振動は、デジタル振動計OH-580A(株式会社テストー製)による測定で、1400 Galであった。振動を与える際に、ポンプの吐出圧は変更せず、0.3 MPaとした。

[0066] 次いで、振動を停止した後、循環配管の三方バルブを一次純水タンク側からドレン配管側に切替えて、過酸化水素を含む超純水を系外に排水し、同時に、一次純水タンクから二次純水システム系内に一次純水の供給を行い、二次純水システムをリンスして脱薬工程を行った。その後、上記バイパス管から、非再生型混床式イオン交換樹脂装置への通水に切り替え、三方バルブをドレン配管側から一次純水タンク側に切り替えて、フラッシング工程を60時間行った後、超純水の製造を開始した。超純水の製造時の、ポンプの吐出圧は0.3 MPaとした。

[0067] フラッシング工程の開始後の超純水中の $0.02\ \mu\text{m}$ 以上の微粒子数を測定し、2日目、4日目及び7日目のハンチング現象の生じた回数を計測した。結果を、立ち上げ運転条件とあわせて表1に示す。なお、 $0.02\ \mu\text{m}$ 以上の微粒子数が、前後の期間に比べて、増加したものをハンチング現象とし

てその回数を計測した。ハンチング現象時の微粒子数は、例えば10 pcs / L以上である。

[0068] (実施例2)

本例では、流路に振動を与える方法を、木槌で叩く方法から、素手で叩く方法に変更した他は実施例1と同様の方法で立ち上げ運転を行った。振動を与えた時間は、5分、素手で叩いた際の振動は、上記のデジタル振動計による測定で、800 Galであった。

[0069] (実施例3)

本例では、流路に振動を与える方法を、ウルトラソニックジェネレーター ET-30S-7 (島田理化工業社製)によって超音波を印加する方法に変更した他は実施例1と同様の方法で立ち上げ運転を行った。振動を与えた時間は、5分、超音波による振動は、上記のデジタル振動計による測定で、5000 Galであった。

[0070] (実施例4~11、比較例1~8)

立ち上げ運転条件を表1のように変更した他は、実施例1と同様に立ち上げ運転を行った。これらの例では、必要に応じて、熱交換器を作動させて、一次純水を表1に示す温度に加温した。また、過酸化水素及び気体のいずれも使用しない例では、脱気膜装置を運転しながら立ち上げ運転を行った。

また、窒素を用いた例では、一次純水タンクの上部に封入されている窒素を利用して窒素を溶解させるとともに、膜式脱気装置の運転を停止することによって、窒素を溶解させた一次純水を流路内に通流させた。

[0071] 立ち上げ運転後、実施例1と同様に超純水の製造を開始し、フラッシング工程の開始後2日目、4日目及び7日目の、製造された超純水中の0.02  $\mu$ m以上の微粒子数を測定し、ハンチング現象の生じた回数を計測した結果を、実施例1とあわせて表1に示す。

[0072] また、実施例1及び比較例1における、洗浄工程からフラッシング工程までの、経過時間と微粒子数の関係をそれぞれ図3、4のグラフに示す。

[0073]

[表1]

	気体溶解水		振動		洗浄時の ポンプ圧力 (MPa)	水温 (°C)	ハンチング回数		
	種類	濃度 (mg/L)	手段	大きさ (Gal)			2日目	4日目	7日目
							(回/日)	(回/日)	(回/日)
実施例1	過酸化水素	10000	木槌で叩く	1400	0.3	25	2	0	0
実施例2	過酸化水素	10000	素手で叩く	800	0.3	25	2	0	0
実施例3	過酸化水素	10000	超音波	5000	0.3	25	1	0	0
実施例4	窒素	50	木槌で叩く	1400	0.3	25	5	0	0
実施例5	窒素	50	素手で叩く	800	0.3	25	7	0	0
実施例6	窒素	50	超音波	5000	0.3	25	5	0	0
実施例7	過酸化水素	10000	木槌で叩く	1400	0.2	25	0	0	0
実施例8	過酸化水素	10000	木槌で叩く	1400	0.3	40	0	0	0
実施例9	窒素	50	木槌で叩く	1400	0.2	25	0	0	0
実施例10	窒素	50	木槌で叩く	1400	0.3	40	0	0	0
実施例11	過酸化水素	10000	軽く素手で叩く	400	0.3	25	7	5	0
比較例1	過酸化水素	10000	なし	0	0.3	25	6	5	6
比較例2	窒素	50	なし	0	0.3	25	5	5	5
比較例3	過酸化水素	10000	なし	0	0.2	25	7	6	7
比較例4	なし	—	木槌で叩く	1400	0.3	25	4	3	4
比較例5	なし	—	木槌で叩く	1400	0.2	25	4	4	5
比較例6	なし	—	木槌で叩く	1400	0.3	40	3	4	3
比較例7	なし	—	なし	0	0.2	25	6	5	5
比較例8	なし	—	なし	0	0.3	25	7	6	7

[0074] 表1及び図3に示されるように、本発明の実施例の超純水製造装置の立ち上げ方法では、ハンチング現象を抑制し、微粒子数が1 p c s. / m L以下で安定的に維持された超純水を得られたことが分かる。これに対して、比較例1～8では、ハンチング現象が抑制されないことが分かる。

### 符号の説明

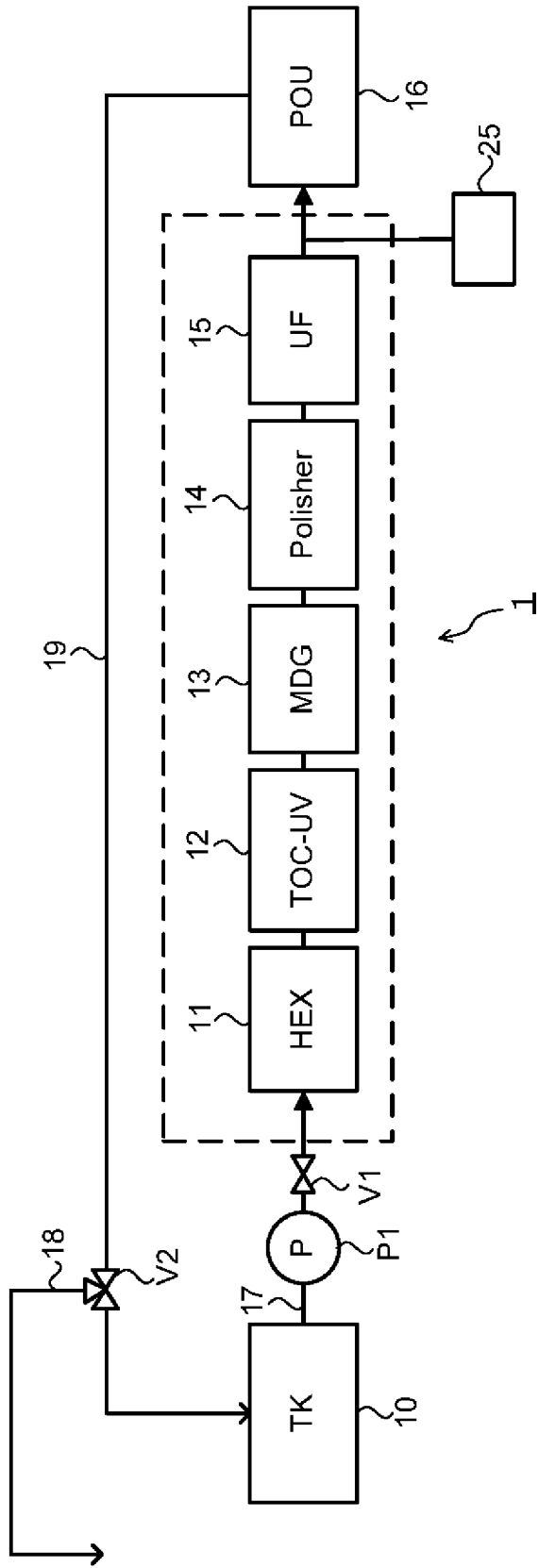
[0075] 1…超純水製造装置（二次純水システム）、2…超純水製造システム、10…一次純水タンク（TK）、11…熱交換器（HEX）、12…紫外線酸化装置（TOC-UV）、13…膜式脱気装置（MDG）、14…非再生型混床式イオン交換樹脂装置（Polisher）、15…限外ろ過装置（UF）、16…ユースポイント（POU）、17…処理水配管、18…ブロー配管、19…循環配管、20…前処理装置、30…一次純水システム、25…微粒子計、P1…ポンプ、V1…バルブ、V2…三方バルブ。

## 請求の範囲

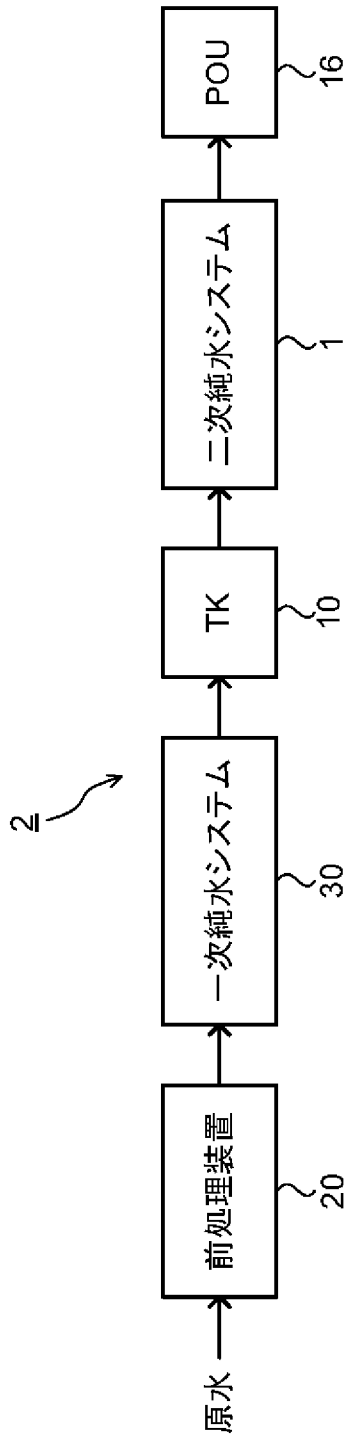
- [請求項1] 一次純水を処理して超純水を製造し、使用場所へ供給する超純水製造装置において、前記超純水を前記使用場所へ供給するに先立ち、前記超純水製造装置系内を洗浄する超純水製造装置の立ち上げ方法であって、
- 前記超純水製造装置の流路に、過酸化水素又は気体を含有する純水を滞留ないし通流させて、
- 前記流路の少なくとも一部に、外部から振動を与え、
- 前記流路の内表面に付着した微粒子を除去することを特徴とする超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項2] 前記振動は600ガル以上である請求項1記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項3] 前記気体は、窒素、二酸化炭素及び水素から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項1又は2記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項4] 前記流路に通流される前記過酸化水素又は気体を含有する純水の水圧は、前記超純水製造装置において超純水を製造する際の水圧以上、かつ超純水を製造する際の水圧の2倍以下であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項5] 前記流路に通流される前記過酸化水素又は気体を含有する純水の温度は10℃～45℃であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1項記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項6] 前記超純水製造装置は、微粒子除去手段を備え、
- 前記微粒子除去手段の流路に前記振動を与えることを特徴とする請求項1乃至5のいずれか1項記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項7] 前記超純水製造装置の流路を構成する継手、バルブ、曲管部及び分岐部から選ばれる1種以上に前記振動を与えることを特徴とする請求項1乃至6のいずれか1項記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。

- [請求項8] 前記過酸化水素から発生する酸素又は前記気体が前記純水中に過飽和で溶解される請求項1乃至7のいずれか1項記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項9] 前記過酸化水素又は気体を含有する純水中に、気泡が含有されることを特徴とする請求項1乃至8のいずれか1項記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。
- [請求項10] 前記微粒子を除去した後、前記流路に純水を通水して前記過酸化水素又は気体を含有する純水を前記超純水製造装置系外に排出させることを特徴とする請求項1乃至9のいずれか1項記載の超純水製造装置の立ち上げ方法。

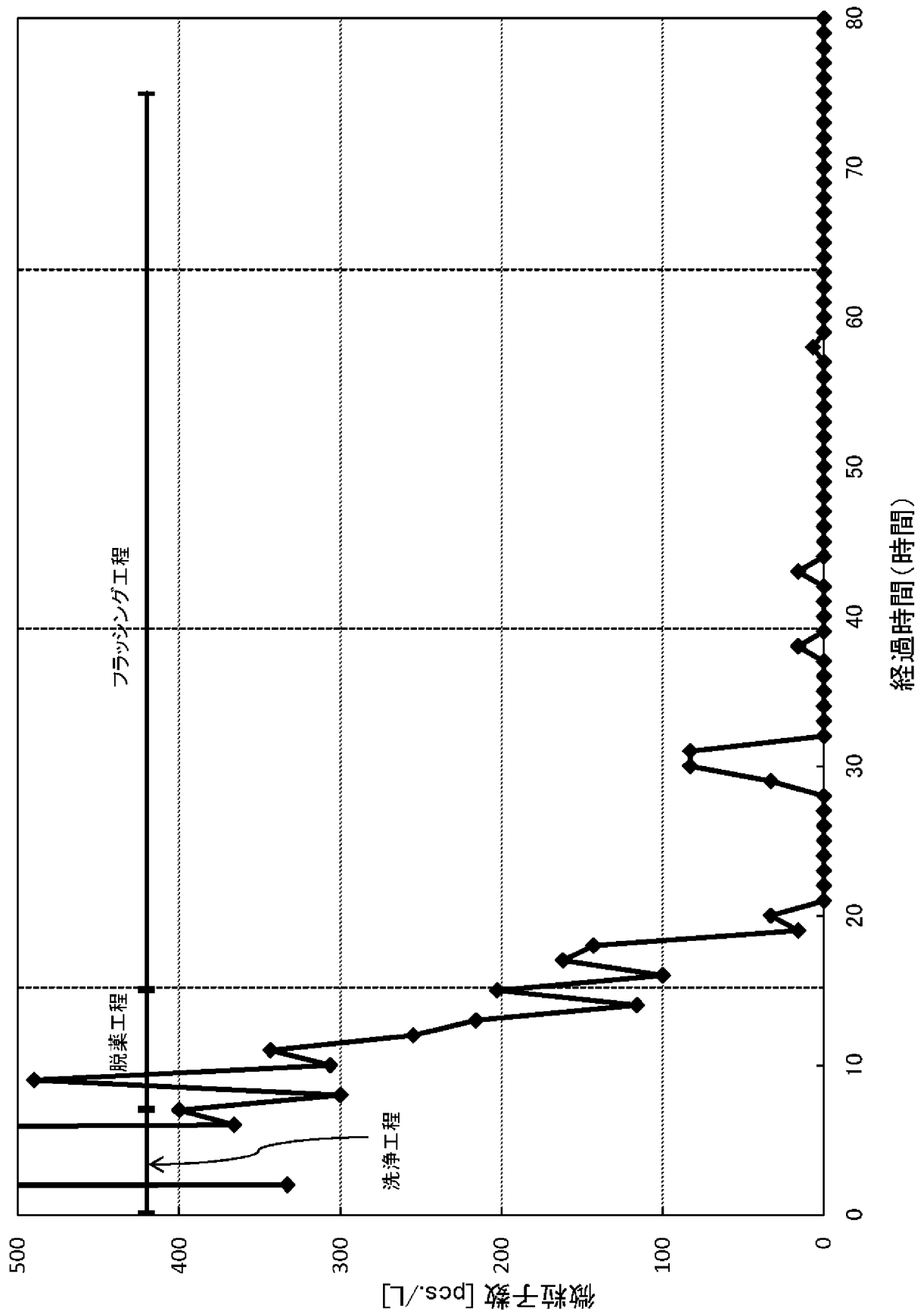
[図1]



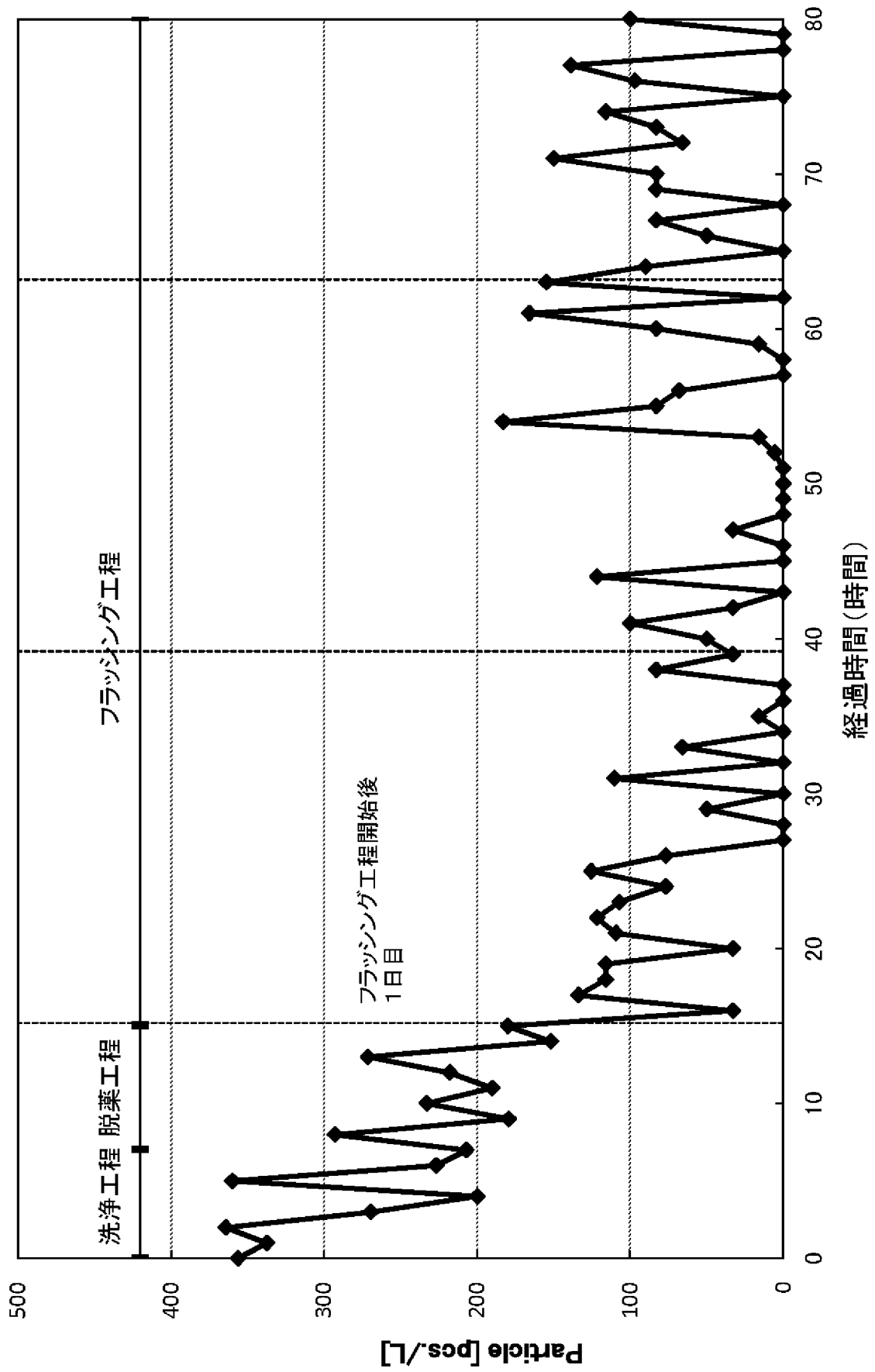
[図2]



[図3]



[図4]



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.  
PCT/JP2017/017139

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
*B08B9/032(2006.01)i, B01D61/14(2006.01)i, B08B3/08(2006.01)i, B08B3/10(2006.01)i, B08B3/12(2006.01)i, B08B7/02(2006.01)i, C02F1/44(2006.01)i*

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 B08B9/032, B01D61/14, B08B3/08, B08B3/10, B08B3/12, B08B7/02, C02F1/44

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2002-151459 A (Kurita Water Industries Ltd.), 24 May 2002 (24.05.2002), paragraphs [0023] to [0066]; fig. 1 to 3 (Family: none)	1 2-10
A	JP 2014-548 A (Nomura Micro Science Co., Ltd.), 09 January 2014 (09.01.2014), paragraphs [0030] to [0070]; fig. 1 to 7 (Family: none)	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C.       See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 30 May 2017 (30.05.17)	Date of mailing of the international search report 13 June 2017 (13.06.17)
---	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer  Telephone No.
--	---

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. B08B9/032(2006.01)i, B01D61/14(2006.01)i, B08B3/08(2006.01)i, B08B3/10(2006.01)i, B08B3/12(2006.01)i, B08B7/02(2006.01)i, C02F1/44(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. B08B9/032, B01D61/14, B08B3/08, B08B3/10, B08B3/12, B08B7/02, C02F1/44

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2002-151459 A (栗田工業株式会社)	1
Y	2002.05.24, 段落 [0023] - [0066]、図1-3 (ファミリーなし)	2-10
A	JP 2014-548 A (野村マイクロ・サイエンス株式会社) 2014.01.09, 段落 [0030] - [0070]、図1-7 (ファミリーなし)	1-10

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

\* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

30.05.2017

国際調査報告の発送日

13.06.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)  
 郵便番号100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

金丸 治之

3K

5568

電話番号 03-3581-1101 内線 3332