

[F18p11]

Effect of Degassed Water and Its Application to Accelerator Technology

Kenji SAITO, Kohozo SASAKI*, Etsuo SEKI* and Tamao HIGUCHI**

High Energy Accelerator Research Organization (KEK)

1-1, Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305-0801, Japan

* : Nikkyo Technos Co. Ltd.

342-22, Higashi, Shimohiratsuka, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305, Japan

** : Nomura Plating Co. Ltd.

5, Satsuki-cho, Kanuma-shi, Tochigi-ken, 322, Japan

Abstract

We installed a degassing equipment in our ultrapure water making system to see what effect happened on sterilizing in the ultrapure water. The number of bacteria in the ultrapure water of 1 ml was reduced to several pieces from about 100 and TOC was also decreased to 20-80 ppb from 1500ppb. Such the big sterilizing effects of the degassing could make one maintain an ultrapure water system easily with a very low cost.

脱気水の効用と加速器技術への応用

1. はじめに

近年、加速器の分野でも加速空洞の性能向上を図るために超純水洗浄技術により清浄な加速管内表面を製作する必要性に迫られている。その場合、加速器分野では半導体分野ほど大市場に恵まれないので超純水製造装置の維持管理費が非常に高くならざるを得ない。超純水の維持管理する上で、そのシステムの主な汚染源はシステム内に繁殖するバクテリアである。今回、超純水を脱気して溶存酸素量を低減することでシステム内のバクテリアを死滅あるいは、繁殖能を低減する方法を提案し、実際に脱気装置を超純水ラインに取り付けてシステム内のバクテリアの死滅状況やTOCの変化を定量的に調べた。その結果、どちらについても1-2桁の低減が観察され、驚くべき滅菌効果が実証された。今後、脱気法は超純水システムの維持管理に革命的技術をもたらし、フィルター等の長寿命化により維持費の大幅なコスト削減に貢献すると期待される。

2. 実験システム

2-1 水中の脱気原理

水の脱気原理は極めて簡単である。適当なメッシュサイズの膜で水と空間部を分離し、この空間部を真空ポンプで減圧する。この時、圧力差のために膜のメッシュサイズよりも小さい分子径の溶存ガスが外に取り出される。もっとも、膜の性質から色々なガスに対してその透過速

度が異なるので、注目するガスによって材質を選定する必要がある。この実験で使用した脱気装置は、日京テクノス(株)で製作した試作第1号機である。膜の材質は酸素の透過性に優れたシリコンを使用し、膜厚30 μ mの1mmの径のチューブである。脱気水の処理能力は最大100 Q/hr 、また、流量によるが溶存酸素に対して70-90%の脱気率を有する。この脱気装置を図1に示すようにKEKの超純水装置のラインの一部に挿入し、実験を行った。

2-2 実験に使用した超純水システム

本実験で使用した超純水システムを図1に示す。前段の純水装置として日本ミリポアリミット製 Milli-RO 60 System (純水製造能力:60 Q/hr)、後段の超純水装置として同社のSuper-Q System (超純水製造能力:8 Q/min)を組み合わせた装置である。原水として水道水を使用している。まず、逆浸透膜を使ったMilli-RO 60によって水道水から純水を作り、これを純水タンク(90 Q)に溜める。そして、この純水をポンプで圧送してSuper-Qの活性炭フィルター(AC)、イオン交換フィルター(DI)を通し、イオン性電解汚染物をほぼ完全に除去し、さらに最終のメンブラン・フィルラー(MF)を通し、0.2 μ m以上の微粒子やバクテリアの死骸を濾し取り、18M Ω cm(at 25 $^{\circ}$ C)以上のほぼ理論値(18.3M Ω cm)に近い超純水を作る。こうして作られた超純水は、Class

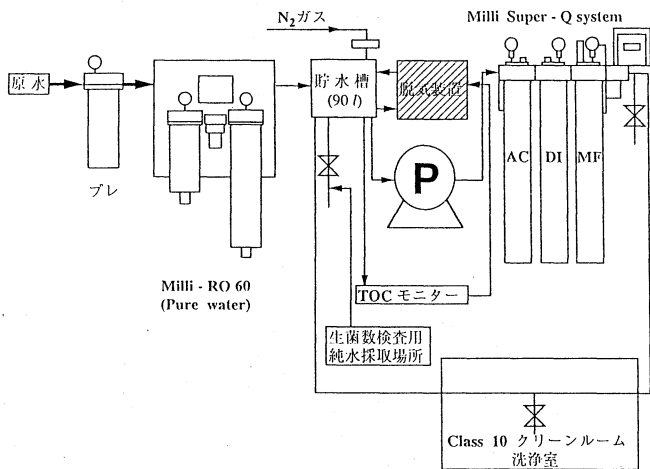


図1. 試験装置の概要図

10のクリーン・ルーム内で水洗洗浄を行う目的で、クリーン・ルーム内の配管系に入る。今回の実験では、クリーンルーム内のユースポイントでこの超純水を使用せず、再び純水タンクに戻る。超純水装置は、こうした循環システムになっている。この循環システムには、予算の関係から紫外線殺菌装置 (UVランプ) を付けていない。この超純水装置は '95年3月に納入され、現在で3年半の使用時間を迎えている。設置半年後の水質検査では生菌数が84個/mQ、TOCが1516ppbと非常に高い値を示し、システム内のバクテリア汚染が顕著であった。これはシステムの立ち上げ時、システム内の滅菌洗浄が不十分であったこと、UVランプ等の殺菌装置が内装されていない等の理由による。

このようにバクテリア汚染の進行している超純水システムで脱気法による滅菌効果を調べるために、上記の脱気装置を図1で示す位置に内装した。純水タンクから一部の水を脱気装置に注入し、脱気水が再び純水タンクに戻る循環系になっている。また、TOC測定装置 (Anatel Co. Ltd. A-1000) を図1に示すように純水タンクの取り出し口に設置し、インラインで常時TOCをモニターした。生菌数の測定のための水の採取は、TOCモニターの取り口で行われた。

3. 超純水システムにおける酸素脱気効果

水を脱気すれば、水中の溶存酸素量が減少する。したがって、嫌気性のバクテリアは別としても、ほとんどのバクテリアは酸欠状態に陥り、死滅すると期待される。また、このバクテリアの死滅、あるいは低溶存酸素量による繁殖能の低下から、超純水システム内のバクテリアの死骸によるTOC (有機炭素濃度) 濃度の減少が期待される。今回の実験は、バクテリアの滅菌とその結果起こるTOC低減に脱気法がどれ程の効果を示すかを定量的に見る目的で行われた。

3-1. 酸素脱気による滅菌効果

超純水中の生菌数は、ミリポア製細菌培養キット

(MHPC 100 25) を使って測定した。所定量の水をキット容器に採取し、検体キットをその容器内に挿入し (同時に蓋ができる構造となっている)、その中に仕込まれた培養物に1mQの水が吸収されるように30秒間保持する。その後容器キット内の水をすぐに捨て検体を容器の中に完全密封して25-35°Cの恒温槽に48-72時間保持した後、培養物表面に発生したコロニーの数を数える。

脱気装置は設置後しばらく運転したが、その直後から超純水装置の比抵抗値が著しく低下し、超純水装置のフィルター交換が必要になった。このフィルター交換待ちのために1.5ヶ月間超純水装置の運転を休止した。この水質低下は、超純水装置のフィルターの寿命によるものか、脱気装置が汚染源になったのか分からない。生菌数の測定のための水の採取は、このフィルター (AC, DI, MFの3つのフィルター) の交換後、二回のシリーズで行われた。第一回目のシリーズは、まず、超純水装置の運転休止の間、脱気装置内に溜まっていた水を採取し生菌数を調べることから始めた。その水の生菌数は167個/mQであった。次に、水の採取場所を純水タンクの取り口に固定して、超純水装置の運転開始72時間後 (脱気装置運転直前)、そして、その後、脱気装置の運転時間に伴って検査した。その結果を図2に示す。脱気装置運転直前には、超純水装置内に201個/mQのバクテリアが繁殖していた。しかし、脱気装置運転1時間後には、15個/mQと1/10以下に減少した。

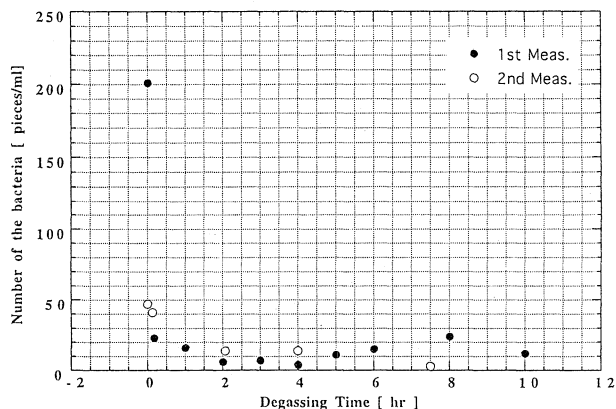


図2. 脱気時間と滅菌効果

第二回目のシリーズは、一回目のシリーズ後一旦脱気装置を二日半止め (この間超純水装置は運転)、再び運転を開始する時に行われた。脱気装置運転開始直後の生菌数は47個/mQであったが、2時間以内に14個/mQまで減少した。そして、その6時間後には3個/mQまで減少した。これらの二回の実験によって超純水システム中の生菌が脱気法によって、短時間 (1時間程度) の内に著しく減少することがはっきり確認された。

3-2. 酸素脱気によるTOCの低減

次に、脱気法による滅菌効果の結果、超純水のTOCがどうなったかを見よう。図3にこの一連の実験で、超純水システム内の水のTOC濃度の変化を示す。横軸は、実験時間を日：時間：分：秒で表示している。図3で最初、TOCレベルが200ppbと比較的低く見えるのは、バクテリアが超純水中よりも配管壁等のシステムの壁にへばりつて生活しているためにTOCモニターにかかりにくいのではないと思われる。一方、脱気装置の最初の作動でTOCレベルが、生菌数の減少とは逆に200ppbから400ppbに増加している。これは、後に述べるように脱気装置からの一時的汚染かも知れないが、次のようなことも考えられる。脱気装置の作動で急激に超純水中の溶存酸素が低下し、初期段階でシステムの内壁に住み着いていた生菌が急速に死に、一時的にたくさんの死骸が超純水中に浮遊した。次に脱気を二日半止めた時、TOCレベルが400ppbから1500ppbまで徐々に上昇しているのは、バクテリアの繁殖によるものであろう。これは、生菌数が脱気装置運転中止前に13個/m³ (図2中1stの最後のデータ)であったのが、次の運転直後には47個/m³ (図2中2ndの最初のデータ)に増加していることから推測される。脱気を止めてTOCが1500ppbを超えた時点で再び脱気装置を動かすとTOCは急速に100ppbから200ppbのレベルに減少し、脱気法によるTOCの減少がはっきりと確認された。

この後、再び一日程度脱気を止めると、TOCレベルは一時110ppbまで低下した後、300ppbまで増加した。そして、再び脱気装置を作動すると一時的に400ppbまで増加した後200ppbまで急減した。これらのことから、脱気装置の作動時にこの装置からの一時的汚染があることが分かる。最終的に純水タンクに溜まっている水を全て捨て、新しい水に交換することでTOCレベルがどう向上するかを見るために、脱気装置を作動させたまま水の水交換作業を繰り返した。図3で明らかのように、タンクの水交換の繰り返しによりTOCレベルは次第に減少し、一時的に20ppbまで向上し80ppbで安定した。また、超純水

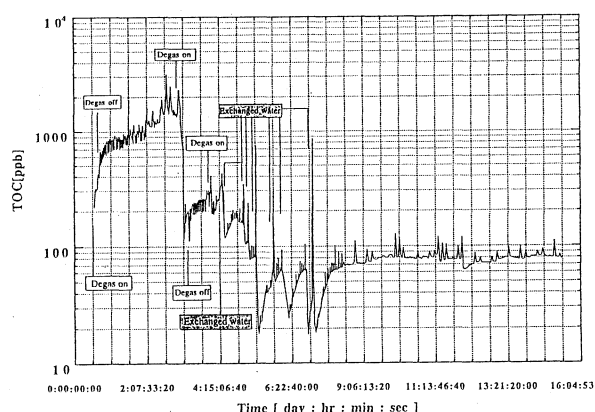


図3. 脱気によるTOC低減効果

装置、脱気装置の長期同時運転でTOCレベルは80ppbに維持できた。純水タンクの水の交換時に一時的にTOCが著しく増加するのは、タンクに設置したエアイベントを通して流入する空気中の炭酸ガスあるいは、生菌によるものと考えられる。

4. 脱気水の加速器技術への応用

1) 超純水/純水装置への応用

最近では、加速器の暗電流を低減するために超伝導、常伝導を問わず、加速管内の清浄表面処理が重要であり、そのためには超純水/純水を使う頻度が益々増加する。すでに述べたように、脱気装置を超純装置や純水装置に組み込むことにより、バクテリアの繁殖を減らし、容易にTOCレベルを落とすことが可能である。また、そうすることでシステム内のフィルターの寿命を延ばし、メンテナンスを容易化できる。

2) 表面酸化フリーの洗浄

高圧洗浄では水の溶存酸素によって金属表面が酸化される。特に銅メッキされた空洞や無垢の銅空洞では、高圧洗浄中に表面酸化が進行して変色する場合がある。この変色した酸化膜が空洞のマイクロ波特性にどのような悪影響があるかよく理解されていないが、空洞製作上非常に敬遠される。最近では、膜の改良によってコンパクトでしかも処理能力1000 Q/hrの脱気装置が開発されており、そうした装置を高圧洗浄装置に組み込むことにより、これまで酸化膜の心配のあった銅空洞にも高圧純水洗浄が可能になる。

3) 冷却水への応用

水中の溶存ガスが少なくなると、水中に気泡が発生しにくくなると期待される。加速器のメンテナンスで気泡により冷却水の流路が阻まれ、冷却上のトラブルに悩まされることがよくあるが、脱気水を用いることによりこの問題の解決が図れる可能性がある。

5. まとめ

脱気装置を超純水ラインに組み込み、ライン中のバクテリアの死滅状況やTOCの変化を定量的に調べ、脱気法によりシステム内の生菌数やTOCが1-2桁低減できることが確認された。脱気法を応用すれば超純水/純水装置のメンテナンスが容易になると期待される。また、低溶存酸素水、低溶存ガス水の特性から他の広い分野での応用が期待される。

謝辞

今回の実験で使用した超純水装置は、平成5年度の本所の加速器総主幹留置きをサポートにより設置されました。高田加速器総主幹に大変感謝申し上げます。また、TOCモニターは、日本原子力研究所・東海の草野譲一氏の御好意により貸して頂きました。ここで感謝申し上げます。