

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-148976

(P2012-148976A)

(43) 公開日 平成24年8月9日(2012.8.9)

(51) Int.Cl.  
C03B 11/00 (2006.01)

F I  
C03B 11/00

テーマコード (参考)

Z

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2012-113634 (P2012-113634)  
 (22) 出願日 平成24年5月17日 (2012.5.17)  
 (62) 分割の表示 特願2008-196817 (P2008-196817)  
 の分割  
 原出願日 平成20年7月30日 (2008.7.30)

(71) 出願人 000004112  
 株式会社ニコン  
 東京都千代田区有楽町1丁目12番1号  
 (74) 代理人 100104776  
 弁理士 佐野 弘  
 (74) 代理人 100119194  
 弁理士 石井 明夫  
 (72) 発明者 水口 雅史  
 東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株  
 式会社ニコン内  
 (72) 発明者 上原 直保  
 東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株  
 式会社ニコン内

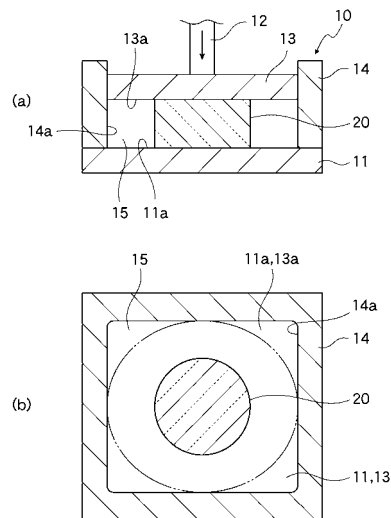
(54) 【発明の名称】 成形型の劣化判定方法、石英ガラスの成形方法及び成形装置

(57) 【要約】

【課題】 成形型の劣化程度を容易に判定することが可能な石英ガラスの成形型の劣化判定方法を提供する。

【解決手段】 加熱された石英ガラス20を加圧成形するカーボン成形型10の劣化判定方法であり、カーボン成形型10の石英ガラス20と接する型面11a、13a、14aの電気抵抗値に基づいて、カーボン成形型10の劣化程度を判定する。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

加熱された石英ガラスを加圧成形するカーボン製の成形型の劣化判定方法であり、前記成形型の前記石英ガラスと接する型面の電気抵抗値に基づいて、前記成形型の劣化程度を判定することを特徴とする成形型の劣化判定方法。

**【請求項 2】**

前記型面の電気抵抗値が予め定められた限界値以上の場合に、前記成形型を使用不可と判定することを特徴とする請求項 1 に記載の成形型の劣化判定方法。

**【請求項 3】**

加熱された石英ガラスをカーボン製の成形型内で加圧成形することを繰り返して、複数の前記石英ガラスを成形する方法において、

成形後の前記成形型の前記石英ガラスと接する型面の電気抵抗値が予め定められた限界値以上であるか否かを検出し、

前記型面の電気抵抗値が前記限界値未満のとき、検出した前記成形型で次の成形を行い、

前記型面の電気抵抗値が前記限界値以上のとき、前記成形型の一部又は全部を交換して次の成形を行うことを特徴とする複数の石英ガラスの成形方法。

**【請求項 4】**

カーボン製の成形型と、

該成形型の型面の電気抵抗値が予め定められた限界値未満であるか否かを検出し、前記型面の電気抵抗値が前記限界値以上の場合に、前記成形型を使用不可と判定する劣化判定手段とを備えたことを特徴とする石英ガラスの成形装置。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

この発明は、加熱された石英ガラスを加圧成形するカーボン製の成形型の劣化判定方法と、この判定方法を利用した石英ガラスの成形方法及び成形装置とに関する。

**【背景技術】****【0002】**

従来、リソグラフィ工程で使用されるフォトマスクや露光装置の投影レンズ等、各種の光学部品の素材などとして、合成石英ガラスの成形体が使用されている（例えば、下記特許文献 1、2 参照）。

**【0003】**

合成石英ガラスの成形体は、例えば、合成石英ガラスのインゴットを所望の大きさに切り出し、カーボン製の成形型を用いて高温下で加圧成形することで、所望の大きさや形状に成形されている。

**【0004】**

カーボン製の成形型は、例えばグラファイト等からなり、上型、下型、及び側板型等から成形空間が形成されている。成型時には、合成石英ガラスのインゴットを成形空間に収容して高温に昇温した後、上型と下型との間でインゴットを加圧する。すると、インゴットが型面で摺動しつつ上下方向に押し潰されて側方に広がるように変形し、インゴットの周囲の一部が型面の側面に到達する。更に、上下面間で加圧を継続すると、インゴットが上下方向に更に押し潰されて周囲が側面で摺動して変形し、インゴットの全ての面が型面の上面、下面、及び側面に密着することで成形が終了する。

**【先行技術文献】****【特許文献】****【0005】**

【特許文献 1】特開 2004 - 307264 号公報

【特許文献 2】特開 2006 - 1821 号公報

**【発明の概要】**

10

20

30

40

50

**【発明が解決しようとする課題】****【0006】**

しかしながら、フォトマスク等の光学部品は近年大型化しており、それに伴い、合成石英ガラスの成形体も大型化し、成形型の型面への負荷が増大している。そのため、成形型の型面で劣化が生じ易くなっている。成形型の型面が劣化すると、合成石英ガラスが型面で摺動して変形されるため、成形時に合成石英ガラスに割れなどの成形不良を引き起こし易く、多数回使用した成形型ほど成形不良が生じ易かった。ところが、成形型の型面の劣化の程度は把握し難く、劣化した成形型を適切な時期に交換することができなかった。

**【0007】**

そこで、この発明は、成形型の劣化程度を容易に判定することが可能な石英ガラスの成形型の劣化判定方法を提供することを課題とし、そのような劣化判定方法を利用することで、割れなどの不良品の発生を抑えて複数の石英ガラスを成形し易い石英ガラスの成形方法と成形装置とを提供することを他の課題とする。

10

**【課題を解決するための手段】****【0008】**

カーボン製の成形型（以下、これを「カーボン成形型」とも称する。）では、加熱された石英ガラスを繰り返し成形すると、カーボン成形型の炭化珪素化が起こり、加熱された石英ガラスと直接接する型面に炭化珪素の層が生じ、動摩擦係数が増加する。そして、この動摩擦係数の増加が成形時に石英ガラスの成形不良を引き起こす原因となっていた。本発明者らは、この動摩擦係数が電気抵抗値と相関を有することに着目し、上記課題を解決するに至った。

20

**【0009】**

そこで、この発明の成形型の劣化判定方法は、加熱された石英ガラスを加圧成形するカーボン製の成形型の劣化判定方法であり、前記成形型の前記石英ガラスと接する型面の電気抵抗値に基づいて、前記成形型の劣化程度を判定することを特徴とする。

**【0010】**

また、この発明の石英ガラスの成形方法は、加熱された石英ガラスをカーボン製の成形型内で加圧成形することを繰り返して、複数の前記石英ガラスを成形する方法において、成形後の前記成形型の前記石英ガラスと接する型面の電気抵抗値が予め定められた限界値以上であるか否かを検出し、前記型面の電気抵抗値が前記限界値未満のとき、検出した前記成形型で次の成形を行い、前記型面の電気抵抗値が前記限界値以上のとき、前記成形型の一部又は全部を交換して次の成形を行うことを特徴とする。

30

**【0011】**

更に、この発明の石英ガラスの成形装置は、カーボン製の成形型と、該成形型の型面の電気抵抗値が予め定められた限界値未満であるか否かを検出し、前記型面の電気抵抗値が前記限界値以上の場合に、前記成形型を使用不可と判定する劣化判定手段とを備えたことを特徴とする。

**【発明の効果】****【0012】**

この発明の劣化判定方法によれば、成形型の石英ガラスと接する型面の電気抵抗値に基づいて成形型の劣化程度を判定するので、加熱された石英ガラスが加圧されて型面に押し付けられたときに、摺動し難い型面を判定することができる。そのため、この判定方法で劣化程度を判定すれば、成形時に石英ガラスに割れなどが生じ易い程度に成形型が劣化しているかどうかを評価することが容易で、劣化した成形型を適切な時期に交換することが可能である。

40

**【0013】**

この発明の石英ガラスの成形方法によれば、加熱された石英ガラスをカーボン製の成形型内で加圧成形することを繰り返して、複数の石英ガラスを成形する際、成形後の成形型の型面の電気抵抗値が予め定められた限界値以上であるか否かを検出し、その結果に基づいて成形型の交換を行うので、複数の石英ガラスを常時良好な摺動性の型面を有する成形

50

型で成形することが可能であり、割れなどの不良品の発生を抑えて複数の石英ガラスを成形し易い成形方法を提供することが可能である。

【0014】

この発明の石英ガラスの成形装置によれば、カーボン製の成形型と、成形型の何れかの型面の電気抵抗値が予め定められた限界値以上であるか否かを検出して、限界値以上の場合に、成形型を使用不可と判定する劣化判定手段とを備えているので、石英ガラスの摺動性が良好な成形型で常時成形することが可能であり、割れなどの不良品の発生を抑えて石英ガラスを成形し易い成形装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】この発明の実施の形態のカーボン成形型の一部を示し、(a)は縦断面概略図、(b)は横断面概略図である。

【図2】この発明の実施の形態の劣化判定部を示す概略図である。

【図3】この発明の実施の形態の劣化判定部の検出部を示す概略図である。

【図4】参考例の結果を示すグラフであり、動摩擦係数と炭化珪素濃度との関係を示す。

【図5】参考例の結果を示すグラフであり、炭化珪素濃度と電気抵抗値の関係を示す。

【図6】実施例の結果を示すグラフであり、成形回数と電気抵抗値との関係を示す。

【発明を実施するための形態】

【0016】

以下、この発明の実施の形態について、図1乃至図3を用いて説明する。

【0017】

この実施の形態の石英ガラスの成形装置は、図1に示すように、下型11、上型13、及び側板型14とを組み合わせて構成されるグラファイト製のカーボン成形型10と、図2に示すように、カーボン成形型10を型開きした際に各型11、13、14の型面の劣化を判定する劣化判定部30とを備える。

【0018】

まず、カーボン成形型10は、下型11と、下型11と離間して対向配置され、加圧部12により下型11側へ加圧される上型13と、上型13と下型11との間の間隙の周囲を囲む側板型14とを備え、これらが組み立てられることで下型11の上面11a、上型13の下面13a、及び側板型14の側面14aからなる型面により、石英ガラス20を成形するための成形空間15が形成されている。

【0019】

このような構成のカーボン成形型10を用いて、複数の石英ガラスの成形体を成形するには、予め作製された母材を切り出す等により所望の大きさの石英ガラス20を作製し、下型11、上型13及び側板型14により形成された成形空間15内に石英ガラス20を収容して型締めし、加熱及び加圧することで石英ガラス20を徐々に変形して成形する。

【0020】

成形される石英ガラス20は、特に限定されるものではないが、この実施の形態では、OH基濃度が800ppm~1200ppmのものを用いる。

【0021】

成形時には、例えば、収容空間15に石英ガラス20を収容したカーボン成形型10を図示しないチャンパー内で変形可能な温度まで昇温し、加圧部12により上型13を加圧する。成形時の温度及び圧力は適宜選択可能であるが、この実施の形態では、温度は、例えば1600~1750とし、圧力は、例えば $5 \times 10^3 \text{ Pa}$ ~ $2.5 \times 10^5 \text{ Pa}$ としている。

【0022】

成形を開始すると、図1(b)に実線で示すように、成形空間15内に周囲に空隙を有して配置された石英ガラス20を、下型11の上面11aと上型13の下面13aとの間で加圧する。すると、石英ガラス20は、上下方向に押し潰されつつ下面13aと上面11aで摺動して側方に徐々に広がるように変形し、図1(b)に仮想線で示すように、石

10

20

30

40

50

石英ガラス 20 の周囲の一部が型面の側面に到達する。

【0023】

更に、下面 13 a と上面 11 a 間で加圧を継続すると、石英ガラス 20 が上下方向に更に押し潰されつつ下面 13 a と上面 11 a で摺動すると共に、周囲が側面 14 a に押し付けられつつ摺動して変形する。そして、石英ガラス 20 の全ての面が下面 13 a、上面 11 a、及び側面 14 a に密着することで、成形空間 15 に対応した形状に成形される。その後、冷却して型開きし、石英ガラス 20 の成形体を取り出すことで、一つの石英ガラス 20 の成形を終了する。

【0024】

そして、再度、カーボン成形型 10 の成形空間 15 を形成して内部に次の石英ガラス 20 を収容し、同様に成形することを繰り返すことで、複数の石英ガラス 20 を成形する。

【0025】

この成形装置では、前の成形が完了し、次の成形が開始される前の時点で、型開きした状態、或いは、必要に応じてカーボン成形型 10 の一部又は全部を分解した状態で、劣化判定部 30 により型面 11 a、13 a、14 a の劣化を判定する。

【0026】

この劣化判定部 30 は、図 2 に示すように、カーボン成形型 10 を型開きした状態、或いは、各型 11、13、14 を分解した状態で、各型 11、13、14 の型面 11 a、13 a、14 a に接触させる探針 31 を備えた検出部 32 と、この検出部 32 の検出値により型面 11 a、13 a、14 a の表面の電気抵抗値を取得し、これに基づいてカーボン成形型 10 の劣化程度を判定し、その結果を表示したり伝達する制御部 33 とを備えている。

【0027】

型面 11 a、13 a、14 a の表面の電気抵抗値の測定は、適宜な方法で行うことが可能であるが、ここでは、図 3 に示すような検出部 32 により、直流 4 探針法にて行う。各探針 31 はオスミウム合金製であり、先端半径が 200  $\mu\text{m}$  であり、4 本の探針は 1 mm の間隔で直線上に配列されている。それぞれの探針 31 は保持部 32 a にバネ常数 200 g/mm の図示しないスプリングにより進退可能に保持されており、各型面 11 a、13 a、14 a に対する接触圧が一定に保たれるように構成されている。

【0028】

そして、測定を実施するには、探針 4 本を備えた検出部 32 を各型面 11 a、13 a、14 a の表面に接触させ、検出部 32 全体に 200 g の荷重を加えた状態で、外側の探針 31 間に 100 mA の測定電流を流し、内側の探針 31 間の電位差  $V$  を測定し、 $R = V / I$  から型面 11 a、13 a、14 a の表面の電気抵抗値を測定する。

【0029】

なお、この実施の形態の劣化判定部 30 では、各型 11、13、14 のうち、下型 11 又は上型 13 の一方だけの表面の電気抵抗値を測定し、この値に基づいてカーボン成形型 10 の劣化程度を判定してもよい。下型 11 又は上型 13 は側板型 14 に比べてより多く加熱された石英ガラス 20 と接触して、より速く劣化され易いためである。

【0030】

劣化判定部 30 の制御部 33 では、このようにして測定された型面 11 a、13 a、14 a の表面の電気抵抗値が予め設定されている限界値（例えば、2.44 m $\Omega$ ）未満のとき、検出したカーボン成形型 10 を用いて次の石英ガラス 20 の成形を行うことを許容し、一方、型面 11 a、13 a、14 a の表面の電気抵抗値がその限界値以上のときには、検出したカーボン成形型 10 を使用不可と判定し、カーボン成形型 10 の一部又は全部を交換して次の成形を行うための表示や信号を伝達する。

【0031】

以上のようにして石英ガラス 20 のカーボン成形型 10 の劣化を判定すれば、カーボン成形型 10 の石英ガラス 20 と接する型面 11 a、13 a、14 a の電気抵抗値に基づいてカーボン成形型 10 の劣化程度を判定するので、加熱された石英ガラス 20 が加圧され

10

20

30

40

50

て型面 1 1 a、1 3 a、1 4 a に押し付けられた際、摺動し難くなった型面 1 1 a、1 3 a、1 4 a を判定することができる。そのため、この判定方法で劣化程度を判定すれば、成形時に石英ガラス 2 0 に割れなどが生じ易い程度にカーボン成形型 1 0 が劣化しているかどうかを評価することが容易で、劣化したカーボン成形型 1 0 を適切な時期に交換することが可能である。

【 0 0 3 2 】

しかも、このようにカーボン成形型 1 0 の劣化を簡便に評価することで、石英ガラス 2 0 を成形する際に成形不良を生じ易いカーボン成形型 1 0 の一部又は全部の使用を予め回避することができるため、石英ガラス 2 0 の成形体の成形不良を未然に回避することが可能で、歩留まりも向上できる。

10

【 0 0 3 3 】

また、このような判定方法を利用した成形方法によれば、加熱された石英ガラス 2 0 をカーボン成形型 1 0 内で加圧成形することを繰り返して、複数の石英ガラス 2 0 を成形する際、成形後のカーボン成形型 1 0 の型面 1 1 a、1 3 a、1 4 a の電気抵抗値が予め定められた限界値以上であるか否かを検出し、その結果に基づいてカーボン成形型 1 0 の一部又は全部を交換するので、複数の石英ガラス 2 0 を常時良好な摺動性の型面 1 1 a、1 3 a、1 4 a を有するカーボン成形型 1 0 で成形することが可能であり、割れなどの不良品の発生を抑えて複数の石英ガラス 2 0 を成形し易い。

【 0 0 3 4 】

更に、このような判定方法を利用した成形装置によれば、カーボン成形型 1 0 と、カーボン成形型 1 0 の何れかの型面 1 1 a、1 3 a、1 4 a の電気抵抗値が予め定められた限界値以上であるか否かを検出して、限界値以上の場合に、カーボン成形型 1 0 を使用不可と判定する劣化判定部 3 0 とを備えているので、石英ガラス 2 0 の摺動性が良好のカーボン成形型 1 0 で常時成形することが可能であり、割れなどの不良品の発生を抑えて石英ガラス 2 0 を成形し易い成形装置を提供することができる。

20

【 0 0 3 5 】

また、上記では、カーボン成形型 1 0 の交換を実施する際、全ての下型 1 1、上型 1 3、及び側板型 1 4 の全てのカーボン成形型 1 0 を交換する例について説明したが、一部を交換するようにしてもよい。

【 0 0 3 6 】

更に、上記では、一つの成形体の成形が終了する毎に劣化判定部 3 0 により劣化を判定したが、複数個の成形体毎に定期的に行うことも可能である。

30

【実施例】

【 0 0 3 7 】

以下、実施例について説明する。

【 0 0 3 8 】

参考例

【 0 0 3 9 】

[ 動摩擦係数 ]

【 0 0 4 0 】

平面視四角形の成形空間 1 5 を有するグラファイト製のカーボン成形型 1 0 を用い、石英ガラス 2 0 を加熱加圧して成形体を繰り返し作製した。

40

【 0 0 4 1 】

得られた成形体の大きさは約 1 m 四方の平板であり、成形空間に収容した石英ガラス 2 0 の大きさは約 5 0 0 m m × 約 2 0 0 m m の円柱状で、OH 基濃度が約 1 0 0 0 p p m であった。

【 0 0 4 2 】

また、成形時の温度は 1 6 2 0 とし、圧力は  $1.2 \times 10^5$  P a とした。

【 0 0 4 3 】

このような条件で複数の石英ガラス 2 0 の成形体を割れが生じるまで繰り返し、割れが

50

生じたカーボン成形型 10 を得た。

【 0 0 4 4 】

割れが生じたカーボン成形型 10 について、下型 11 の型面の動摩擦係数を測定した。動摩擦係数の測定には新東科学（株）製 HeidonTYPE 14DR 型測定器を使用し、ステンレスボールを用いるボールオンディスク法により測定した。測定条件は荷重 200 g、移動速度 600 mm/min、移動速度 2 cm とし、各試料について 3 回測定を行なってその平均値を求めた。その結果、割れが生じたカーボン成形型の動摩擦係数の平均は 1.6 であった。そのため、動摩擦係数が 1.6 以上であると石英ガラス 20 の成形体に割れが生じ易いことが分かった。

【 0 0 4 5 】

10

[ 炭化珪素濃度 ]

【 0 0 4 6 】

割れを生じたカーボン成形型 10 の型面の炭化珪素濃度を成形初期の段階から複数回測定し、動摩擦係数との相関を調べた。結果を図 4 に示す。

【 0 0 4 7 】

この結果から明らかなように、炭化珪素濃度と動摩擦係数とは相関があり、動摩擦係数 1.6 に対応する炭化珪素濃度は 23.6 原子% であった。そのため、炭化珪素濃度が 23.6 原子% 以上であると石英ガラス 20 の成形体に割れが生じ易いことが分かった。

【 0 0 4 8 】

[ 電気抵抗値 ]

20

【 0 0 4 9 】

割れを生じたカーボン成形型 10 の型面を図 3 に示す直流 4 探針法にて成形初期の段階から複数回測定し、炭化珪素濃度との相関を調べた。結果を図 5 に示す。

【 0 0 5 0 】

この結果から明らかなように、カーボン成形型 10 の型面の電気抵抗値と炭化珪素濃度とは相関があり、炭化珪素濃度 23.6 % に対応する電気抵抗値は 2.44 m であった。そのため、電気抵抗値が 2.44 m 以上だと石英ガラス 20 の成形体に割れが生じ易いことが分かった。

【 0 0 5 1 】

実施例

30

【 0 0 5 2 】

同じカーボン成形型 10 を繰り返し使用して複数の石英ガラス 20 の成形体を成形し、成形回数が 5 回、10 回、20 回、30 回の時点で型面表面の電気抵抗値を測定した。結果を図 6 に示す。

【 0 0 5 3 】

この成形では、成形回数が 20 回で成形体に割れを生じた。この 20 回のときに測定された電気抵抗値は 2.44 m であった。従って、電気抵抗値 2.44 m 以上では石英ガラス 20 の成形体に割れが生じることが確認できた。

【 符号の説明 】

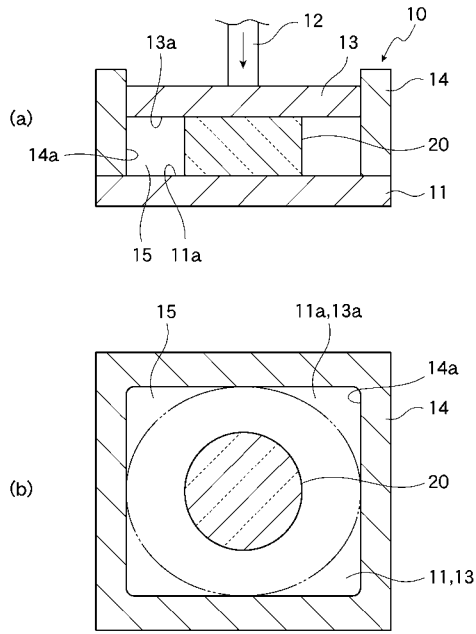
【 0 0 5 4 】

40

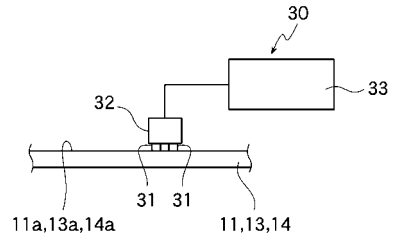
- 10 カーボン成形型
- 11 下型
- 11 a 上面（型面）
- 13 上型
- 13 a 下面（型面）
- 14 側板型
- 14 a 側面（型面）
- 15 成形空間
- 20 石英ガラス
- 30 劣化判定部

50

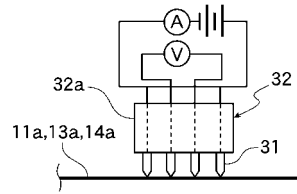
【 図 1 】



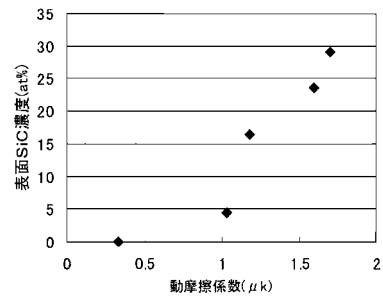
【 図 2 】



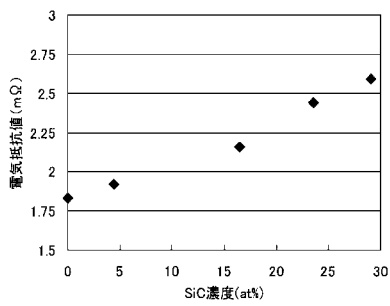
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】

