(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3591540号
(P3591540)
(45)発行日　平成16年11月24日(2004.11.24)　(24)登録日　平成16年9月3日(2004.9.3)

(51)Int.Cl.[7]　F I
C03B 8/04　C03B 8/04
C03B 20/00　C03B 20/00

請求項の数 1　(全 6 頁)

(21)出願番号　特願平6-237397
(22)出願日　平成6年9月30日(1994.9.30)
(65)公開番号　特開平8-104527
(43)公開日　平成8年4月23日(1996.4.23)
審査請求日　平成10年3月25日(1998.3.25)
審判番号　不服2001-6186(P2001-6186/J1)
審判請求日　平成13年4月19日(2001.4.19)

(73)特許権者　000004112
株式会社ニコン
東京都千代田区丸の内３丁目２番３号
(72)発明者　矢島　昭司
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　中川　和博
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　平岩　弘之
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

最終頁に続く

(54)【発明の名称】合成石英ガラス製造装置

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
炉枠と耐火物とからなる炉と、該炉内部に設置されたインゴット形成用のターゲットと、該ターゲットに先端を向けて設置された石英ガラス合成用のバーナーと、前記ターゲットに堆積されなかったシリカ微粒子を排気する排気手段とからなる合成石英ガラス製造装置において、炉枠及び排気手段の８０℃以上の高温となる部分にグラスライニングからなる腐食を防止する手段を設け、且つ排気手段の８０℃以下の部分に塩化ビニールまたはポリカーボネートまたはアクリルからなる腐食を防止する手段を設けたことを特徴とする合成石英ガラス製造装置。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【産業上の利用分野】
本発明は合成石英ガラスの製造装置、特に合成石英ガラス製造装置の炉枠あるいは排気手段にシリカ微粒子等が付着するのを防止し、紫外線リソグラフィー用光学素子として使用可能な合成石英ガラス光学部材を製造する製造装置に関する。
【０００２】
【従来の技術】
近年、紫外線リソグラフィー用光学素子としての合成石英ガラスには、紫外域での高透過率を達成するために、高純度な合成石英ガラスが用いられる。その有用な製法の一つとして火炎加水分解法が知られている。

火炎加水分解法は、合成石英ガラスの原料となるケイ素化合物を石英ガラス合成用のバーナーから酸水素火炎内へ供給し、加水分解反応させシリカ微粒子を合成、堆積させると同時に溶融ガラス化する合成方法である。

【０００３】

従来、この火炎加水分解法によりターゲットを鉛直軸を中心に回転させながらこの上にシリカ微粒子を堆積させ、堆積速度に合わせ石英ガラス合成用のバーナーから合成面の距離を一定に保つよう引き下げながら合成石英ガラスの製造を行ってきた。

その石英ガラス製造装置の炉枠及び排気手段は、これらの装置を作製する上で、切断、加工により容易に形状が得られる金属が用いられていた。

【０００４】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記のような金属を使用した製造装置の場合、炉枠及び排気ガス内が酸性の雰囲気となるためため、腐食が生じ、合成を継続することが不可能となる問題があった。また、炉枠に関しては、特に合成された石英ガラス内に不純物を混入させる恐れがあった。さらに、炉枠及び排気手段は、７００℃程度の高温にさらされるため、金属の変形により合成を継続することが不可能となる問題もあった。

【０００５】

これらを防止する上でも、炉枠及び排気手段内に金属部分を露出させることは、石英ガラスの合成を続けるにあたりマイナスであることがわかった。

【０００６】

【課題を解決するための手段】

上記問題点を顧みて、酸性雰囲気及び高温にさらされる金属部分において、鋭意研究を行った結果、これらの酸性雰囲気及び高温にさらされる部分に、耐熱性があり、腐食性ガスに侵されないライニングを施すことを見い出し、問題点の解決を図った。

【０００７】

そこで、炉枠と耐火物とからなる炉と、該炉内部に設置されたインゴット形成用のターゲットと、該ターゲットに先端を向けて設置された石英ガラス合成用のバーナーと、前記ターゲット上に堆積されなかったシリカ微粒子を排気する排気手段とからなる合成石英ガラス製造装置に於いて、炉枠の腐食を防止する手段を設けたことを特徴とする合成石英ガラス製造装置（請求項１）を提供する。

【０００８】

同様に、排気手段に於ける金属部分の腐食を防止する手段を設けたことを特徴とする合成石英ガラス製造装置（請求項２）を提供する。

【０００９】

【作用】

開放系の合成石英ガラスの製造装置において、耐火物までの炉内温度は１５００℃程度で合成面温度は１９００℃を越える。このインゴット形成用のターゲットに堆積されなかったシリカ微粒子及び加水分解反応により発生したガス（以下排気ガスとする）は、排気管を通じて除害装置まで排気ガスとして運ばれる（排気手段）。この時、炉枠及び排気手段の内面温度は場所により異なるが、７００℃程度にまで達する。排気ガスは、酸性のＨＣｌ等を含むため、炉枠及び排気手段内に腐食性のガスが充満する。

【００１０】

本発明の製造装置は、炉枠及び排気手段に、腐食に強く耐熱性の高い材料、すなわちガラス、セラミックを金属へのライニング材として用いる。または、カーボン材料を用いる。また、排気ガスは排気手段を通過するにしたがい、その温度が低下し、熱対策を施こす必要がない８０℃以下の低温となる。あるいは、排気経路内部もしくは外部の散水、または排気経路を２重構造とし、その間を水冷する等の方法により、排気経路の温度を低下させる。この低温部分には、加工性、耐食性に優れ、コスト削減できる塩化ビニールを使用する。また、内部を観察する必要がある部分では、透明性のあるポリカーボネート、アクリルまたは透明塩化ビニールを使用する。シール材やガスケットとしては耐食性、耐熱性に

優れ弾力性があるテフロン系樹脂を使用する。

【００１１】

ガラスをライニング材とする場合、パイレックスガラスが主に使用されるが、金属との親和性、及び耐熱性が高ければ他のガラスであっても使用可能である。また、仮に金属との親和性が低い場合であっても、多層構造のライニングを施すことにより、例えば石英ガラスの非常に優れた耐熱性及び耐酸性、小さい熱膨張率、熱衝撃に強い炉枠あるいは排気手段を得ることができる。しかし、実際はコスト面において最もバランスの取れているのが、パイレックスガラスであるため、これが用いられている。

【００１２】

セラミックスのライニング材としては、リン酸アンモニウム、酸化マグネシウム及び結晶質シリカを含有する水和硬化組成物等が挙げられる。セラミックスによるライニングは、耐熱性の向上に対する効果が大きい。また、アルミナ、アルミナーシリカ系のセラミックファイバーをライニング材として用いた場合には、断熱性を向上させることができる。

【００１３】

カーボンは、他の材料に比べ、耐熱性の面で劣るが、加工性が優れている。従って、本発明により金属での構成では不可能であった、製造装置の補修なしに連続的に合成石英ガラスの製造を行うことが可能となる。

また、シリカ微粒子はＨＣｌを含む排気ガスの内で金属の炉枠及び排気手段に付着し、腐食により穴などが開く問題点を引き起こすばかりではなく、錆を発生させ、摩擦係数を高くすることでさらにシリカ微粒子の付着し安い面を形成していた。

【００１４】

この様に、シリカ微粒子が付着し排気経路が狭くなると、排気流量の制御が困難となる。この現象が発生したとき、炉内からの排気量に変動を与えるため、インゴットの成長方向に垂直な方向の屈折率勾配が高均質で、かつ半径方向の屈折率分布についても安定した合成石英ガラスを得ること、すなわちインゴット内での屈折率のばらつきを少なくすることは困難であったが、本発明により、腐食性に優れたガラスあるいはセラミックライニング、カーボン材を使用することで、これらのシリカ微粒子を付着が防止でき、品質に影響を与えることなく石英ガラスの合成を行うことができる。

【００１５】

【実施例】

〔比較例１〕

合成石英ガラス製造装置として、鋳物の炉床板の上に金属製の炉枠を置き、その中に排気口を設けた。この耐火物の内容量は１２６ｌで下部は炉床板及び耐火物共に開放型である。この様な装置を用いて、原料として使用されるケイ素化合物を６０～１００℃の範囲で昇温し気化させ、石英ガラス用のバーナーの中心から酸水素炎と共に火炎加水分解させることによりターゲットに吹き付け、シリカ微粒子を合成、堆積させ、ターゲットに堆積されなかったシリカ微粒子等の排気ガスは、排気口を受けた排気管を通じて除害装置へと導かれる。排気ガスの影響により、この時炉枠及び排気管には錆が生じ、通常の合成では排気管に１０日程で穴が開き、合成を継続することが不可能となった。また、炉枠の耐久試験を行った場合は、約３０日程で穴が開き合成の継続が不可能となることがわかった。さらに、除害装置のフランジ部分の固定用ボルトにステンレス製のボルトを使用していたが、３０日程で錆が生じボルトの交換が必要となり、またフランジの開閉が非常に困難になった。

〔実施例１〕

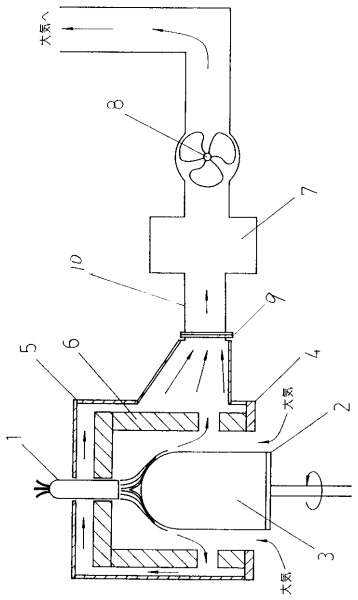
比較例１の合成石英ガラス製造装置において、炉枠内側にセラミックライニングを施し、排気管にグラスライニング管を使用し、また除害処理装置のフランジ部分のボルトに、アクリルを使用し同様の合成を行った（図１）。

【００１６】

そうしたところ、連続で３０日の合成を行っても炉枠及び排気管に穴を生じることはなく、ステンレス製のボルトとは対照的に全く錆を生じないため、製造装置の継続運転が可能

であった。また、ボルトの交換はほぼ不要となった。
本実施例により、炉枠及び排気手段にガラス、セラミックのライニングを施し耐久試験を行った際、穴の開く例はなく非常に耐腐食性に優れた炉枠及び排気手段であることが確認された。また、炉枠及び排気管に穴が開くことがなくなったため、排気ガスが大気へ放出されることなく安全性が非常に高くなった。
【００１７】
また、排気ガスが低温となる除害装置のフランジ部分には塩化ビニール及びポリカーボネートを使用した場合にも同様の効果が得られることが確認された。
本発明の効果は実施例に限ったことではない。
【００１８】
【発明の効果】
以上の様に、本発明に従う合成石英ガラス製造装置に伴う炉枠及び排気手段に、上記した様な腐食を防止する手段を施すことにより、製造装置の耐久性が上がり、各部品の交換がほとんどなくなったため、大幅なコスト削減になった。さらに、本発明は排気手段にシリカ微粒子が付着することを防ぐことができるため、高品質の合成石英ガラスが得られる。
【図面の簡単な説明】
【図１】実施例１で用いた合成石英ガラス製造装置の模式図である。
【符号の説明】
１　バーナー
２　ターゲット
３　インゴット
４　炉床
５　セラミックスライニングを施した炉枠
６　耐火物
７　除害装置
８　排気ファン
９　フランジ
１０　グラスライニング管

【図１】



フロントページの続き

合議体
審判長　石井　良夫
審判官　中村　泰三
審判官　西村　和美

(56)参考文献　特開平４－１５４６３９（ＪＰ，Ａ）
特開平２－１５３８３５（ＪＰ，Ａ）
特開平６－２３５８２９（ＪＰ，Ａ）
特開昭５７－１７５７４３（ＪＰ，Ａ）
実開平３－７４６３０（ＪＰ，Ｕ）
実開平３－６３５４６（ＪＰ，Ｕ）