

(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2005-298322

(P2005-298322A)

(43) 公開日 平成17年10月27日(2005.10.27)

(51) Int.Cl.⁷

C03B 20/00

C03C 3/06

F I

C03B 20/00

C03C 3/06

F

テーマコード (参考)

4G014

4G062

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2005-78578 (P2005-78578)
 (22) 出願日 平成17年3月18日 (2005.3.18)
 (31) 優先権主張番号 特願2004-77763 (P2004-77763)
 (32) 優先日 平成16年3月18日 (2004.3.18)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 000190138
 信越石英株式会社
 東京都新宿区西新宿 1 丁目 2 2 番 2 号
 (74) 代理人 100075085
 弁理士 武田 正彦
 (74) 代理人 100089303
 弁理士 滝口 昌司
 (74) 代理人 100074734
 弁理士 中里 浩一
 (74) 代理人 100086265
 弁理士 川崎 仁
 (72) 発明者 大嶋 隆之
 福島県郡山市田村町金屋字川久保 8 8 番地
 信越石英株式会社石英技術研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板

(57) 【要約】

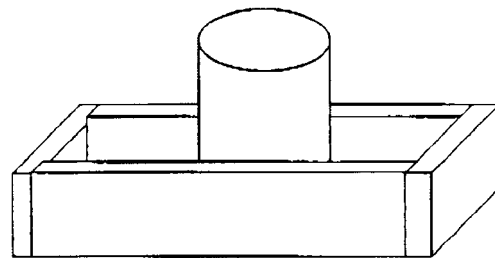
【課題】

エキシマUVランプ装置用窓材として用いたとき、全面にわたって光の取り出し効率が良く、均等照射エネルギー密度であるエキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板を提供することを目的とする。

【解決手段】

本発明のエキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板は、高純度の珪素化合物を原料とし、火炎加水分解法によって合成される合成石英ガラスからなり、波長150～250 nmの真空紫外光を放出するエキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板において、該合成石英ガラス板の外周の全長が1500mm以上、厚さの変動幅が1 mm以下、そりが0.5%以下、表面粗さRaが50nm以下、複屈折が10nm/cm以下、長径1mm以上の泡を含まないことを特徴とする。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高純度の珪素化合物を原料とし、火炎加水分解法のスート法によって合成される合成石英ガラスからなり、波長150～250nmの真空紫外光を放出するエキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板において、該合成石英ガラス板の外周の全長が1500mm以上、厚さが3～10mmで、厚さの変動幅が1mm以下、そりが0.5%以下、表面粗さRaが50nm以下、複屈折が10nm/cm以下、長径1mm以上の泡を含まないことを特徴とするエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

【請求項 2】

合成石英ガラス板中のアルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素各々の濃度が100wtppb以下、Mg、Al、Ti、Cr、Fe、Ni、Cuの各元素濃度が50wtppb以下である請求項1記載のエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。 10

【請求項 3】

合成石英ガラス板の波長172nmにおける透過率が81%以上である請求項1または2のエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

【請求項 4】

1cmで隣接する任意で2つの位置での波長172nmにおける透過率の変動幅が1%以下である請求項1～3のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

【請求項 5】

板全体の波長172nmにおける透過率の変動幅が5%以下である請求項1～4のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。 20

【請求項 6】

OH基濃度が10wtppm以上350wtppm以下である請求項1～5のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

【請求項 7】

1cmで隣接する任意で2つの位置でのOH基濃度の変動幅が8wtppm以下である請求項1～6のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

【請求項 8】

板全体のOH基濃度の変動幅が70wtppm以下である請求項1～7のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。 30

【請求項 9】

Cl元素濃度が5wtppm以下である請求項1～8のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、エキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板に関し、更に詳細には、波長150～250nmの真空紫外光を放出するエキシマUVランプ装置の光透過窓部分を構成する大型合成石英ガラス板に関する。 40

【背景技術】

【0002】

波長150～250nmの真空紫外光を放出する光洗浄用エキシマUVランプ装置の光透過窓部分を構成する合成石英ガラス板においては、各種材質の基板を均一に洗浄にするため、ガラス組成等が均一であり、しかも基板と光透過窓との間にUV吸収層となってしまう空気層を形成しないように、表面が粗くなく、また反りや波打ち等が無いことが好ましい。

【0003】

ところで、近年、コストダウンのため、LCD基板が大型化されているが、更なるコストダウンのため、更なる基板の大型化が要求されている。これに伴って基板の洗浄装置であるエキシマUVランプ装置も大型化が必要であり、ひいては光透過窓材である合成石英ガラ 50

ス板においても大型化が要求されている。

【0004】

エキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板については、特開平11-60264号公報にガラスシリンダーから横型管引きと管開き処理による合成シリカガラス板材の製造方法が記されており、この方法によれば、大型の合成石英ガラス板を製造することが可能であると思われる。しかしながら、管開き処理で板を平坦にすることは難しく、面が反ったり波打ったりすることがあり、さらにガラスシリンダーの肉厚方向のOH基濃度分布などが板面に反映されるため板を平坦に研削加工したときに面内のOH基濃度などの変動幅が大きくなり、エキシマUVランプ装置用窓材として全面にわたって光の取り出し効率が良く、均等であるような板材を製造することは困難であった。

10

【特許文献1】特開平11-60264号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、エキシマUVランプ装置用窓材として用いたとき、全面にわたって光の取り出し効率が良く、均等であるエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板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】

【0006】

上記の課題は、本発明の以下の(1)～(9)のいずれかの構成のエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板によって達成される。

20

(1) 高純度の珪素化合物を原料とし、火炎加水分解法のスート法によって合成される合成石英ガラスからなり、波長150～250nmの真空紫外光を放出するエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板において、該合成石英ガラス板の外周の全長が1500mm以上、厚さが3～10mmで、厚さの変動幅が1mm以下、そりが0.5%以下、表面粗さRaが50nm以下、複屈折が10nm/cm以下、長径1mm以上の泡を含まないことを特徴とするエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

(2) 合成石英ガラス板中のアルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素各々の濃度が100wtppb以下、Mg、Al、Ti、Cr、Fe、Ni、Cuの各元素濃度が50wtppb以下であることを特徴とする上記(1)のエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

30

(3) 合成石英ガラス板の波長172nmにおける透過率が81%以上である上記(1)または(2)のエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

(4) 1cmで隣接する任意で2つの位置での波長172nmにおける透過率の変動幅が1%以下である上記(1)～(3)のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

(5) 板全体の波長172nmにおける透過率の変動幅が5%以下である上記(1)～(4)のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

(6) OH基濃度が10wtppm以上350wtppm以下である上記(1)～(5)のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

(7) 1cmで隣接する任意で2つの位置でのOH基濃度の変動幅が8wtppm以下である上記(1)～(6)のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

40

(8) 板全体のOH基濃度の変動幅が70wtppm以下である上記(1)～(7)のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

(9) Cl元素濃度が5wtppm以下である上記(1)～(8)のいずれかのエキシマUVランプ装置用大型合成石英ガラス板。

【発明の効果】

【0007】

本発明によって得られた合成石英ガラス板は大型で面精度が高くしかも均質性に優れるため、これを光透過窓材として用いてエキシマUVランプ装置を構成した場合には、被処理物に対して高効率で均一な洗浄効果を示し、処理時間も短時間で済むという効果を有する

50

。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

本発明のエキシマUVランプ装置用の大型合成石英ガラス板は、板材の外周の全長が1500mm以上の大型のものである。本ガラス板は、例えばその短辺が50mm以上、長辺が700mm以上とすることができる。上記全長の上限は特に無いが、現在のところ8000mm程度が可能である。厚さは、3~10mm程度が好ましい。厚さの変動幅は、1mm以下である。厚さの変動幅が、上記値を超えると、エキシマUVランプに組込んだ場合に、厚さの厚い部分と薄い部分とで紫外光の透過性に差が生じることになり、洗浄ムラが生じる原因となる。この値は、小さければ小さい程良いが、現在のところ0.1mmが達成されている。 10

【0009】

本合成石英ガラス板においては、反りが0.5%以下好ましくは0.1%以下、表面粗さRaが50nm以下好ましくは20nm以下、複屈折が10nm/cm以下好ましくは6nm/cm以下で、長径1mm以上の泡を含まない。そりが0.5%を超えるとエキシマUVランプに組込んだ場合に被処理物と合成石英ガラス板材との間隔のばらつきが大きくなり、洗浄が均等に行われなくなる。表面粗さRaが50nmを超えると表面での光の散乱により紫外光の取り出し効率が低下する。複屈折は石英ガラス中の残留応力と関係があり10nm/cmを超えると機械的強度の低下を招くおそれがある。長径1mm以上の泡があると紫外線の散乱によって洗浄効率が低下したり、破損の原因となったりする危険性がある。上記値については下限は特にないが、反りの下限が0.001%程度、表面粗さの下限が0.05nm程度、複屈折の下限が0.01nm/cm程度である。 20

【0010】

本合成石英ガラス板は、アルカリ金属元素濃度およびアルカリ土類金属元素の各々の濃度が100wtppb以下好ましくは40wtppb以下、Mg、Al、Ti、Cr、Fe、Ni、Cuの各元素濃度が50wtppb以下好ましくは20wtppb以下の高純度である。アルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素は工場の建材や製造工程で使用するグラファイト製容器等に含まれるが、これらが前記範囲を超えると石英ガラスの再結晶化が促進されクリストバライトを生成しやすくなり白色失透が起こる。またTi、Cr、Fe、Ni、Cuなどの遷移金属元素は合成石英を製造する装置に使用される耐熱金属中に含まれるがこれらの濃度が前記範囲を超えると紫外線を吸収し紫外線吸収端を長波長側にシフトさせ透過率の低下を招くため好ましくない。しかしいずれの元素も濃度が0.01wtppb未満になるようにするにはすべての製造工程でクリーンルーム並みの清浄な製造環境が必要となりコストが高くなるため望ましくない。 30

【0011】

さらに本合成石英ガラス板は、波長172nmにおける透過率が81%以上好ましくは83%以上、1cmで隣接する任意で2つの位置での波長172nmにおける透過率の変動幅が0.01%以上1%以下好ましくは0.5%以下、板全体の波長172nmにおける透過率の変動幅が0.01%以上5%以下好ましくは3%以下、OH基濃度が10wtppm以上350wtppm以下好ましくは190~320wtppm、1cmで隣接するOH基濃度の変動幅が0.01wtppm以上8wtppm以下好ましくは5wtppm以下、板全体のOH基の変動幅が0.01wtppm以上70wtppm以下好ましくは50wtppm以下、Cl元素濃度が0.01wtppm以上5wtppm以下であることが望ましい。波長172nmにおける透過率が81%未満になると紫外線光量の不足により被洗浄物への洗浄効果が低下する。また1cmで隣接する任意で2つの位置での波長172nmにおける透過率の変動幅が1%を超えたり、板全体の波長172nmにおける透過率の変動幅が5%を超えたりすると紫外線光量が均一でなくなることから洗浄にムラができるものとなる。1cmで隣接する波長172nmにおける透過率の変動幅および板全体の波長172nmにおける透過率の変動幅が0.01%未満になるようにするには原料となる石英ガラスインゴットの合成条件を高度に複雑に制御しなければならずコスト的にも時間的にも不利となる。またOH基は石英ガラス網目構造において構造の終端部になるが、このOH基が石英ガラス中に適量含まれていると網目構造内の内部歪みが緩和され、Si-O-Si結合角が安定値に近づきSi-Oの平均結合エネルギーが上昇すると言われている。ところが、OH基は高濃度 40 50

に含まれると透過率を低下させることになる。そこで本合成石英ガラス板では、OH基濃度を10wtppm以上350wtppm以下の範囲とする。また、OH基濃度が不均一であると透過率、絶対屈折率等に板材の位置によって変化が生じ、洗浄にムラができるものとなる。そこで本合成石英ガラス板では、1cmで隣接する任意で2つの位置でのOH基濃度の変動幅を8wtppm以下、板全体のOH基濃度の変動幅を70wtppm以下としている。なお1cmで隣接するOH基濃度の変動幅および板全体のOH基濃度の変動幅が0.01wtppm未満になるようにするためには原材料の選別が厳しくなりコストに反映されるため好ましくない。

【0012】

またCl元素により形成するSi-Clは210～220nmの吸収帯、いわゆるE'センターの前駆体となるがCl元素濃度が5wtppm以下であれば透過率の低下はほとんど問題にならない。0.01 wtppm未満である必要はない。 10

本合成石英ガラス板は以下のようにして製造することができる。

(1) まず、高純度の珪素化合物を原料とし、火炎加水分解によるスート体を合成する。高純度の珪素化合物とは、例えば、純度99.9999wt%の四塩化珪素等をいう。火炎加水分解により均一密度のスート体を合成することに始まる一連の製造方法によって、製品の合成石英ガラス板が長径1mm以上の泡を含まなくなる。また、このスート体合成時にバーナーに供給される酸素および水素ガスの供給量を各々、2～20リットル/分、6～60リットル/分の割合とすることにより、製品の合成石英ガラス板のOH基濃度を10～350wtppmとすることができる。上記スート体を透明ガラス化し、透明ガラス化された石英ガラスシリンダーを得る。この透明ガラス化は、高真空下で行い、スートに含まれる水蒸気や塩素を脱ガスさせることにより、製品合成石英ガラス板のOH基を10 wtppm程度に低減させ、かつCl元素濃度を5wtppm以下とすることができる。 20

(2) ついで、特許文献2で示される方法で、上記石英ガラスシリンダーを旋盤に固定して酸水素火炎またはプロパンガス火炎のもとで回転攪拌による均質化処理を行う。この均質化処理により、製品の合成石英ガラス板において、1cmで隣接する任意で2つの位置での波長172nmにおける透過率の変動幅を1%以下にすること、板全体の波長172nmにおける透過率の変動幅を5%以下にすること、および1cmで隣接する任意で2つの位置でのOH基濃度の変動幅を8wtppm以下にすること、板全体のOH基濃度の変動幅を70wtppm以下にすることが達成される。また、板全体のOH基濃度の変動幅を70wtppm以下にするには、長手方向にOH基濃度の均質なスート体を合成することも重要である。 30

【特許文献2】米国特許第3485613号公報

【0013】

(3) 均質化処理ののち、図1に示したように、グラファイト製容器（成形型）を用い、真空加熱炉にて真空雰囲気下、1750～1850℃にて加熱し自重による変形を行わせて板状石英ガラスインゴット（図2参照）に成形する。このとき、グラファイト製容器としては、灰分10wtppmを上回る一般純度のものではなく、灰分10wtppm以下の高純度のもの、特に2wtppm以下の超高純度のものを用いることが好ましい。これにより、成形されたガラスインゴットへの容器からのアルカリ金属およびアルカリ土類金属元素の浸透が浅くなる。そこで、図2に破線で示したようにガラスインゴットの周囲部分を切除すれば、上記アルカリ金属等の混入部分が排除できる。容器として灰分10wtppm以下の高純度以上のものをを用いた場合には、この切除の厚さは10mm程度でよい。一般純度グラファイト製容器を用いると、高純度のものに比べ、アルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素が石英ガラスに深く浸透してしまい、切除部分を厚くしなければならない。以上により、上記した高純度の原料を用いることと相俟って、製品合成石英ガラス板のアルカリ金属およびアルカリ土類金属元素各々の濃度10wtppb以下が達成できる。 40

(4) 上記板状成形体を所定の厚さにスライスして、未処理合成石英ガラス板を得る。上記所定の厚さとは、製品合成石英ガラス板の好ましい厚さ3～10mmに加工代、仕上げ代を加算した厚さである。この後、歪み取りアニール（例えば、1150℃で30分間の熱処理）を行って、製品合成石英ガラス板の複屈折が10nm/cm以下となるようにする。

(5) この後、製品合成石英ガラス板の厚さの変動幅を1mm以下とし、そりを0.5%以下とし、そして表面粗さRaを50nm以下とするように、例えば、大型オスカー型研磨機にて#1200の砥粒で両面ラップし、続いて酸化セリウムで研磨し、この後フッ酸によるエッチング処理、純水による水洗、ならびに乾燥を行う。

以上により、波長172nmにおける透過率が81%以上の、波長150～250の真空紫外光を放出するエキシマUVランプ用の製品大型合成石英ガラス板を得る。

また、本合成石英ガラス板は、図3に示したように、ガラスシリンダーを大型円筒型電気炉内で横型管引きしたのち、管開きする方法によっても製造することができる。この方法の場合においては、管開きの際のバーナー火力が常に一定になるように酸水素ガスまたはプロパンガスの流量をマスフローコントローラによって制御しつつ行うことにより、板のそりや波打ちを極力抑えることができる。さらに、この方法による場合もオスカー型研磨機によるラップ以降を上記と同様にして行うことにより、製品のそり等を本発明範囲内とすることができる。

【実施例】

【0014】

[実施例1]

回転するターゲット上に気化した純度99.9999wt%の高純度四塩化珪素を、酸素及び水素ガスを各々20リットル/分、60リットル/分の割合で流した際の酸水素中で火炎加水分解してシリカスートを堆積させることにより作製した均一密度の多孔質スート体を1600℃で透明ガラス化して円柱状石英ガラスインゴットを製造した。上記石英ガラスインゴットを旋盤に固定して酸水素火炎で加熱し、回転攪拌による均質化処理をしつつ、長さ1100mm、外径280mmの円柱状石英ガラス体を得た。

上記円柱状石英ガラス体を図1のように内寸1520×420×300mmの灰分2wtppm以下の超高純度グラファイト製容器に静置し、真空加熱炉にて真空雰囲気下、1800℃にて加熱し自重による変形を行わせて、1520×420×100mmの石英ガラスインゴットを得た。グラファイト製容器によるアルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素の混入部分を削除するためにこの石英ガラスインゴットの周囲を厚さ10mmずつ図2に破線で示したようにバンドソー装置で切断し、その後所定の厚さになるようスライスして1500×400×6mmの合成石英板とした。前記合成石英ガラス板を電気炉内、1150℃で30分間アニール処理して歪みを除去したのち、大型オスカー型研磨機にて#1200の砥粒で両面ラップし、続いて酸化セリウムで研磨したのちフッ酸によるエッチング処理、純水による水洗、及び乾燥を行って1500×400×4mmの両面光学研磨仕上りの合成石英ガラス板を製造した。

この合成石英ガラス板の厚さの変動幅、そり、表面粗さRa、面内の最大複屈折、長径1mm以上の泡の数、不純物元素濃度、波長172nmにおける透過率、1cmで隣接する172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、板全体の172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、Cl元素濃度は表1の通りであった。

この合成石英ガラス板をエキシマUVランプ装置に窓材として組込んで点灯したところ、表2のように測定位置によってほぼ同一の均一な放射光照射強度となった。

【0015】

[各測定方法]

[そり]

そりは、JIS R3203:1981に基づき、該大型合成石英ガラス板を鉛直に立て、定規を水平に当てて測定するものとし、弓形の場合は弦の長さに対する弧の高さ、波形の場合は山から山まで(又は谷から谷まで)の距離に対する谷の深さ(又は山の高さ)を測り、次の式によってそりを算出する。

$$C = \frac{h}{l} \times 100$$

ここに C: そり (%)

h: 弧の高さ、谷の深さ又は山の高さ (mm)

10

20

30

40

50

l: 弦の長さ、山から山までの距離又は谷から谷までの距離(mm)

[泡]

散乱光の下で目視観察し、泡が発見された場合にこの大きさを測定する。

[複屈折]

偏光板歪計を使用したレターデーション測定法。

[表面粗さ]

触針式表面粗さ測定機による測定法。

[不純物元素分析]

ICP発光分光分析法による。

[透過率測定]

大型合成石英ガラス板の任意の位置から試料を切り出し、両面を表面粗さRaが0.25nm以下、平行度が角度5秒以下になるように鏡面研磨した試料片を用いた真空紫外分光光度計による測定法。

[1cmで隣接する172nm透過率変動幅]

大型合成石英ガラス板の対角線上の任意の30点の位置から寸法20×20×4mmの測定サンプルを30個切り出す。次いで、各測定サンプル内において、1cmで隣接する2つのポイントにおいて、各々172nm透過率を測定し、その2つのポイントの透過率差を求める。透過率測定を全30サンプルで行い、各サンプル内の透過率差における最大値を1cmで隣接する172nm透過率変動幅(%)とする。

[板全体の172nm透過率変動幅]

前項目の測定では、全30サンプル、計60ポイントの透過率データが得られることになる。この60ポイントの透過率の最大値と最小値の差を板全体の172nm透過率変動幅(%)とする。

[OH基濃度]

D.M.DODD

and D.B.FRASER, Optical determination of OH in fused silica, Journal of Applied Physics, Vol. 37(1966) p. 3911文献記載の測定法による。

[1cmで隣接するOH基濃度変動幅]

前項目のOH基濃度測定と同様、全30サンプルを用いて測定する。各測定サンプル内1cmで隣接する2つのポイント、計60ポイントにおいて、各々OH基濃度を測定し、その2つのポイントの濃度差を求める。OH基濃度測定を全30サンプルで行い、各サンプル内の濃度差における最大値を1cmで隣接するOH基濃度変動幅(wtppm)とする。

[板全体のOH基濃度変動幅]

前項目の測定では、全30サンプル、計60ポイントのOH基濃度データが得られることになる。この60ポイントのOH基濃度の最大値と最小値の差を板全体のOH基濃度変動幅(wtppm)とする。

[Cl元素濃度]

HF水溶液により分解後、AgNO₃添加による比濁法による測定法。

[放射光の強度]

高周波電源装置に接続して所定の電圧をかけ、点灯させて100時間後の窓材(合成石英ガラス板)表面での波長172nmの放射光強度を測定した。図4のとおり、窓材の中央(E)及び窓材の四隅(A、C、G、I)、前記四隅の中間(B、D、F、H)を測定点とし、測定した。中央の測定点(E)を除き、測定点は窓材の端から鉛直方向に50mmの位置で測定した。それぞれの位置での放射光強度を、中央の測定点(E)の位置における強度を100としたときの相対強度で表す。

【0016】

[実施例2]

実施例1と同様の原理による方法によって長さ2000mm、外径200mm、内径80mmの石英ガラスシリンダーを得た。

上記石英ガラスシリンダーの内圧を窒素ガスで調整しながら、円筒型グラファイトヒー

10

20

30

40

50

ターを通して加熱し、横型管引きで直径250mm、長さ1600mm、厚さ6mmの石英ガラスチューブを製造した。得られた石英ガラスチューブ1を図3に示すように軸方向に所定幅にわたって切り込み5を入れ、切り込み部の内側と外側から管軸方向全幅にわたって、マスフローコントローラによって流量を一定に制御された石英ガラス製酸水素バーナー3で管周芳香に順次加熱軟化させながら、管の接線方向に引っ張って平板化し、周囲をダイヤモンドカッターでトリミングすることによって1500×400×6mmの合成石英ガラス板に成型した。前記合成石英ガラス板を電気炉内、1150℃で30分間アニール処理して歪みを除去したのち、オスカー型研磨機にて#1200の砥粒で両面ラップし、続いて酸化セリウムで研磨したのちフッ酸によるエッチング処理、純水による水洗、及び乾燥を行って1500×400×4mmの両面光学研磨仕上がり合成石英ガラス板を製造した。

10

この合成石英ガラス板の厚さの変動幅、そり、表面粗さRa、面内の最大複屈折、長径1mm以上の泡の数、不純物元素濃度、波長172nmにおける透過率、1cmで隣接する172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、板全体の172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、Cl元素濃度は表1の通りであった。

この合成石英ガラス板をエキシマUVランプ装置に窓材として組込んで点灯したところ、実施例1と同様に表2のように測定位置によってほぼ同一の均一な放射光照射強度となった。

【0017】

[比較例1]

表3に記載の高純度合成石英ガラス粉を内寸が外径220×内径140×600mmの超高純度グラファイト製容器に充填し、真空加熱炉にて真空雰囲気下、1800℃にて加熱焼結を行い、外径220×内径140×350mmの円筒型石英ガラスインゴットを得た。

20

次いでこのインゴットを円筒研削および内周研削し、外径200×内径160×330mmのシリンダーに加工した。

その後、実施例2と同様の方法で1500×400×6mmの合成石英板を製造した。前記合成石英ガラス板を電気炉内、1150℃で30分間アニール処理して歪みを除去したのち、電動ポリッシャにて#2000の砥粒で研磨し、フッ酸によるエッチング処理、純水による水洗、及び乾燥を行って1500×400×4mmの合成石英ガラス板を製造した。

この合成石英ガラス板の厚さの変動幅、そり、表面粗さRa、面内の最大複屈折、長径1mm以上の泡の数、不純物元素濃度、波長172nmにおける透過率、1cmで隣接する172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、板全体の172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、Cl元素濃度は表1の通りであった。

30

この合成石英ガラス板をエキシマUVランプ装置に窓材として組込んで点灯したところ、表2のように測定位置によって放射光照射強度が大きく変化した結果となった。

【0018】

[比較例2]

表3記載の普通純度石英ガラス粉を内寸が外径220×内径140×600mmの灰分10wtppm以上の一般純度グラファイト製容器に充填し、真空加熱炉にて真空雰囲気下、1800℃にて加熱焼結を行い、外径220×内径140×350mmの円筒型石英ガラスインゴットを得た。次いでグラファイト製容器によるアルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素の混入部分を削除するために石英ガラスインゴットの周囲を厚さ10mmずつ切除することなく、形状を整えるのみとし、このインゴットを外径218×内径142×346mmのシリンダーに加工した。

40

その後、実施例2と同様の方法で1500×400×6mmの合成石英板を製造した。前記合成石英ガラス板を電気炉内、1150℃で30分間アニール処理して歪みを除去したのち、オスカー型研磨機にて#1200の砥粒で両面ラップし、続いて酸化セリウムで研磨したのちフッ酸によるエッチング処理、純水による水洗、及び乾燥を行って1500×400×4mmの合成石英ガラス板を製造した。

この合成石英ガラス板の厚さの変動幅、そり、表面粗さRa、面内の最大複屈折、長径1mm以上の泡の数、不純物元素濃度、波長172nmにおける透過率、1cmで隣接する172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、板全体の172nm透過率変動幅及びOH基濃度変動幅、Cl元

50

素濃度は表1の通りであった。

この合成石英ガラス板をエキシマUVランプ装置に窓材として組込んで点灯したところ、比較例1と同様に表2のように測定位置によって放射光照射強度が大きく変化した結果となった。

【0019】

(表1)

		実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2
厚さの変動幅[mm]		0.032	0.043	1.48	0.35
そり[%]		0.12	0.13	0.76	0.16
表面粗さ Ra[nm]		6.8	7.2	85	23
最大複屈折[nm/cm]		4.8	5.4	12.3	7.5
長径 1mm 以上の泡 の数		0	0	7	8
元素濃度 [wtppb]	Li	<2	<2	2	21
	Na	3	6	42	114
	K	1	1	2	23
	Ca	<2	2	5	124
	Mg	<2	<2	<2	18
	Al	<2	<2	3	67
	Ti	<1	<1	<1	9
	Cr	<1	<1	<1	8
	Fe	<1	<1	24	65
	Ni	<1	<1	<1	4
	Cu	<1	1	<1	12
172nm における透過率 [%]		85.0	84.7	80.1	76.3
隣接部の 172nm にお ける透過率変動幅[%]		0.4	0.7	1.8	3.5
板全体の 172nm 透過 率変動幅[%]		2.4	3.2	5.2	8.1
隣接部の OH 基濃度変 動幅[wtppm]		4	6	11	13
OH 基濃の最小値 [wtppm]		241	268	296	7
OH 基濃の最大値 [wtppm]		287	335	375	99
板全体の OH 基濃度変 動幅[wtppm]		46	67	79	92
Cl 元素濃度[wtppm]		<5	<5	<5	<5

10

20

30

40

【0020】

【表 2】

100時間点灯後の各位置での照度(E=100)

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	差
実施例1	98.8	99.6	99.2	99.6	100	99.5	98.9	99	99.1	1.2
実施例2	99.2	98.7	98.9	99.1	100	99	98.8	99.2	99.4	1.3
比較例1	86.2	85.4	110	89.6	100	105	82.3	86.4	92	27.7
比較例2	76.3	108	87.6	86.6	100	85.3	111	84.2	88.5	34.7

【0021】

【表 3】

10

		普通純度石英ガラス粉	高純度合成石英ガラス粉
元素濃度 〔w t p p m〕	Al	16	<0.01
	Ca	0.3	0.01
	Cr	0.01	0.01
	Cu	0.02	<0.01
	Fe	0.5	0.04
	Ge	0.5	<0.01
	K	0.8	0.02
	Li	0.7	<0.01
	Mg	0.02	<0.01
	Mn	0.08	<0.01
	Na	1	0.02
	Ni	0.01	<0.01
	Ti	1.1	<0.01
	Zn	0.01	<0.01
	Zr	0.6	<0.01

20

30

以上により、本発明の効果が明らかである。

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図1】本エキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板の製造方法を説明するための斜視図である。

【図2】本エキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板の切り出し方法を説明するための斜視図である。

【図3】本エキシマUVランプ装置用合成石英ガラス板の製造方法を説明するための斜視図である。

40

【図4】実施例、比較例において製造された合成石英ガラス板を窓材として用いての放射光強度測定実験の仕様を説明するための図である。

【符号の説明】

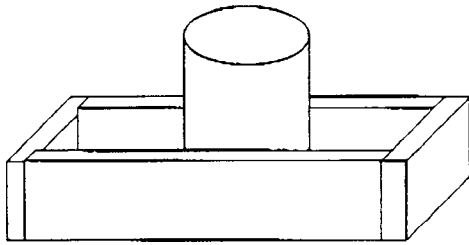
【0023】

1 石英ガラスチューブ

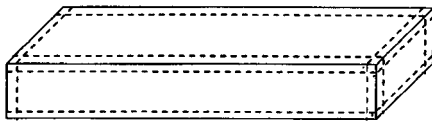
3 酸水素バーナー

5 切り込み

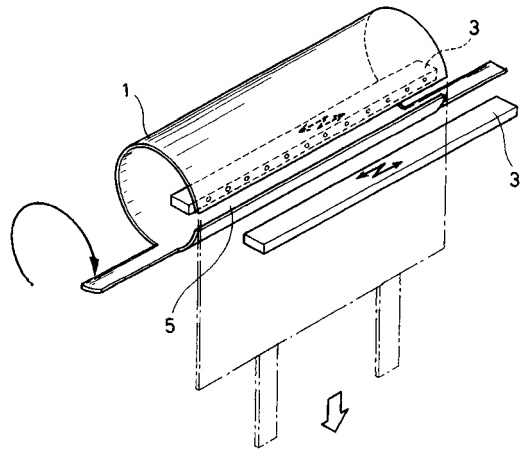
【図 1】



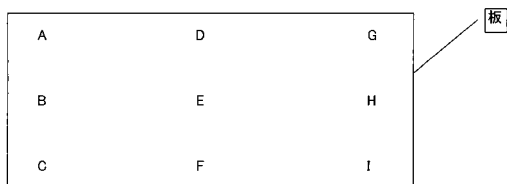
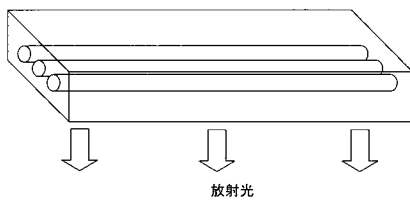
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 藤ノ木 朗

福島県郡山市田村町金屋字川久保 8 8 番地 信越石英株式会社石英技術研究所内

(72)発明者 山形 茂

東京都新宿区西新宿 1 丁目 2 2 番 2 号 信越石英株式会社内

F ターム(参考) 4G014 AH15

4G062	AA04	AA18	BB02	CC07	DA08	DB01	DC01	DD01	DE01	DF01
	EA01	EA10	EB01	EC01	ED01	EE01	EF01	EG01	FA01	FA10
	FB01	FC01	FD01	FE01	FF01	FG01	FH01	FJ01	FK01	FL01
	GA01	GA10	GB01	GC01	GD01	GE01	HH01	HH03	HH05	HH07
	HH09	HH11	HH13	HH15	HH17	HH20	JJ01	JJ03	JJ05	JJ07
	JJ10	KK01	KK03	KK05	KK07	KK10	MM02	NN01	NN16	NN40