



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 602 09 293 T2 2006.10.19

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 321 439 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 602 09 293.0

(96) Europäisches Aktenzeichen: 02 028 278.6

(96) Europäischer Anmeldetag: 17.12.2002

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 25.06.2003

(97) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung beim EPA: 22.02.2006

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 19.10.2006

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: C03B 32/00 (2006.01)

C03B 19/14 (2006.01)

C03C 3/06 (2006.01)

(30) Unionspriorität:  
2001384505 18.12.2001 JP

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
DE, NL

(73) Patentinhaber:  
Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG, 63450 Hanau,  
DE; Shin-Etsu Quartz Products Co., Ltd.,  
Tokio/Tokyo, JP

(72) Erfinder:  
Oshima, Takayuki, Koriyama-shi, Fukushima  
963-0101, JP; Fujinoki, Akira,  
Koriyama-shi, Fukushima 963-0701, JP

(74) Vertreter:  
derzeit kein Vertreter bestellt

(54) Bezeichnung: Verfahren und Ofen zur Herstellung eines optischen Quarzglases

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung****Fachgebiet der Erfindung**

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von synthetischem Quarzglas zur Verwendung in der Optik und einen Kühlofen; insbesondere betrifft sie ein Verfahren zur Herstellung von optischem synthetischem Quarzglas zur nutzbringen- den Verwendung in dem Fachgebiet, in dem eine optische durchlässige Ebene mit einer niedrigen Doppelbrechung und einer hochgradig homogenen Brechungsindexverteilung gefordert wird, beispielsweise in optischen Präzisionsgeräten zum Einsatz in der Photolithographie und ähnlichem, und sie bezieht sich auf einen Kühlofen zur geeigneten Verwendung bei der Durchführung des Herstellungsverfahrens.

**Stand der Technik**

**[0002]** Bei dem ständig steigenden Integrationsgrad der heutigen LSIs (large scale integrated circuits), wird zur Herstellung von immer feineren Mustern die Wellenlänge der Lichtquellen verkürzt. Um eine größere Durchlässigkeit für ultraviolette Strahlungen zu erreichen, wird in der Ultraviolett-Lithographie Quarzglas als optisches Bauteil verwendet, doch ist dies mit einem Wechsel der Lichtquellen vom KrF-Excimer-Laser (248 nm) zum ArF-Excimer-Laser (193 nm) verbunden und das für die optischen Bauteile verwendete Quarzglas ist strengerer optischen Qualitätsanforderungen unterworfen. Zu diesen optischen Qualitätsanforderungen gehört unter anderem die Doppelbrechung.

**[0003]** Bezug nehmend auf **Fig. 9(a)**, herkömmlicherweise wurde ein optisches synthetisches Quarzglas durch einen Vorgang hergestellt, bei dem ein optisches synthetisches Quarzglas G nach der Formung zu einem säulenförmigen Körper in einem Kühlofen für eine vorgegebene Dauer bei einer Temperatur nicht unter der unteren Entspannungstemperatur gehalten wurde und anschließend die Temperatur schrittweise abgesenkt wurde.

**[0004]** Um jedoch den Doppelbrechungsgrad auf den erforderlichen Standard zur Verwendung bei der Ultraviolettstrahlungs-Lithographie zu senken, musste die Abkühlrate bei der Wärmebehandlung auf ungefähr 1°C/Std. eingestellt werden. Dementsprechend war die Wärmebehandlung mit einer extrem langen Dauer verbunden und darüber hinaus die Machbarkeit der Senkung der Doppelbrechung bei den herkömmlichen Abkühlverfahren trotzdem mit Einschränkungen verbunden.

**Von der Erfindung zu lösende Probleme**

**[0005]** Angesichts der vorstehend erwähnten Zusammenhänge haben die Erfinder der vorliegenden

Erfindung umfangreiche Untersuchungen zum Abkühlverfahren durchgeführt, um die Doppelbrechung des Quarzglases zu verringern, und als Ergebnis dieser Untersuchungen festgestellt, dass bei der Abkühlung im Rahmen der Wärmebehandlung die Doppelbrechung in Richtung der Lichtdurchlässigkeit auf einen Wert unter 0,5 nm/cm eingestellt werden kann, indem im Innern des Quarzglaskörpers eine isotherme Ebene vorgelegt wird, die eine flache Gestalt besitzt und ungefähr parallel zu der lichtdurchlässigen Oberfläche angeordnet ist (**Fig. 9(a)(b) E**: lichtdurchlässige Oberfläche).

**[0006]** Es ist eine der Aufgaben der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung von optischem synthetischem Quarzglas mit einer Doppelbrechung in der lichtdurchlässigen Richtung von unter 0,5 nm/cm und einer trotzdem hervorragenden Brechungsindexverteilung vorzulegen sowie einen Kühlofen zur geeigneten Verwendung bei der Durchführung des besagten Verfahrens vorzulegen.

**Mittel zur Lösung der Probleme**

**[0007]** Zur Lösung der vorstehend genannten Problemstellungen ist eine erste Ausführungsform des Verfahrens zur Herstellung von optischem synthetischem Quarzglas gemäß der vorliegenden Erfindung dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Schritt der Erhöhung der Temperatur einer säulenförmigen optischen synthetischen Quarzglas-Vorform auf eine Temperatur von 800°C bis 1200°C und nach dem Beibehalten der Temperatur der synthetischen Quarzglas-Vorform in dem genannten Bereich für eine bestimmte Dauer, zur Temperatursenkung die Temperatur bei Bestehen eines Temperaturunterschieds von 1 bis 20°C zwischen der Temperatur einer lichtdurchlässigen Oberfläche der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform und der Temperatur einer äußeren, peripheren Seitenfläche der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform mit Temperatursenkungsraten von 2 bis 50°C/Std. gesenkt wird.

**[0008]** Eine zweite Ausführungsform des Verfahrens zur Herstellung von optischem synthetischem Quarzglas gemäß der vorliegenden Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Schritt der Erhöhung der Temperatur einer säulenförmigen optischen synthetischen Quarzglas-Vorform auf eine Temperatur im Bereich von 800°C bis 1200°C und nach dem Beibehalten der Temperatur für eine bestimmte Dauer, zur Temperatursenkung die Temperatur bei Bestehen eines Temperaturunterschieds von 1 bis 20°C zwischen einer ersten Temperatur T<sub>1</sub> an der Stelle, die sich in einem ersten Abstand außerhalb einer Mitte von mindestens einer oberen oder unteren Oberfläche, bei denen es sich um lichtdurchlässige Oberflächen der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform handelt, befindet und einer zweiten Temperatur T<sub>2</sub> an einer Stelle, die sich in einem

zweiten Abstand außerhalb einer äußeren, peripheren Seitenfläche der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform befindet, mit Temperatursenkungsraten von 2 bis 50°C/Std. gesenkt wird.

**[0009]** Vorzugsweise erfolgt die Temperatursenkung unter Beibehaltung des bestimmten Temperaturunterschieds zwischen dieser lichtdurchlässigen Oberfläche oder der ersten Temperatur  $T_1$  und der Temperatur der äußeren, peripheren Seitenfläche oder der zweiten Temperatur  $T_2$ . Darüber hinaus lässt sich der Effekt der vorliegenden Erfindung auch erzielen, wenn im Verlauf des Temperatursteuerungsprozesses Schwankungen des genannten Temperaturunterschieds auftreten.

**[0010]** In **Fig. 9(b)** ist der Zustand der isothermen Ebene im Innern des Quarzglases für den Fall der schrittweisen Abkühlung des säulenförmigen Quarzglases nach dem herkömmlichen Abkühlverfahren dargestellt. Bei einem herkömmlichen Abkühlverfahren entsprechend der Darstellung in **Fig. 9(b)** wird näherungsweise der Gestalt des säulenförmigen Quarzglases G entsprechende Form der isothermen Ebene F im Innern des säulenförmigen Quarzglases G beibehalten, da die Temperatursenkung erfolgt, während die gesamte Oberfläche des säulenförmigen Quarzglases G bei der selben Temperatur gehalten wird. Folglich steigt der Winkel zwischen der isothermen Ebene F im Innern des Quarzglases G und der lichtdurchlässigen Ebene E schrittweise nach außen zur äußeren Peripherie des säulenförmigen Quarzglases G hin an.

**[0011]** Erfolgt die Temperatursenkung im Rahmen der Wärmebehandlung jedoch, indem eine spezifizierte Temperatursteuerung vorgelegt wird, die bestimmt wird vom Verhältnis zwischen der Form des Quarzglases und der Abkühlrate, i.e. dem Verhältnis zwischen der ersten Temperatur  $T_1$  an der Stelle, die sich in einem ersten Abstand außerhalb der Mitte von mindestens einer oberen oder unteren Oberfläche, bei denen es sich um die lichtdurchlässigen Oberflächen des säulenförmigen Quarzglases (**Fig. 1(a)**) handelt, befindet und der zweiten Temperatur  $T_2$  an der Stelle, die sich in einem zweiten Abstand außerhalb der äußeren, peripheren Seitenfläche der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform befindet, lässt sich, wie **Fig. 1(b)** zu entnehmen ist, eine isotherme Ebene F im Innern des säulenförmigen Quarzglaskörpers G mit einer flachen Form erhalten, die näherungsweise parallel zur lichtdurchlässigen Ebene E verläuft.

**[0012]** In diesem Fall kann das Quarzglas so im Kühlofen vorgesehen sein, dass die lichtdurchlässige Richtung in Längsrichtung verläuft oder in der senkrechten Richtung dazu. Darüber hinaus kann das Quarzglas so im Kühlofen vorgesehen sein, dass es von einem Abdeckkörper, wie einem Behälter oder

ähnlichem aus einem Quarzglas und ähnlichem, bedeckt sein kann.

**[0013]** Der Temperaturunterschied zwischen der ersten Temperatur  $T_1$  an der Stelle, die sich nach außen relativ zur Mitte von mindestens einer oberen oder unteren Oberfläche befindet, und der zweiten Temperatur  $T_2$  an der Stelle, die sich außerhalb der äußeren, peripheren Seitenfläche des säulenförmigen Quarzglases befindet, beträgt bevorzugt von 1 bis 20°C, bevorzugter 1 bis 15°C und am bevorzugtesten 1 bis 10°C.

**[0014]** Im vorstehend genannten Temperatursenkungsschritt kann entweder die erste Temperatur  $T_1$  oder die zweite Temperatur  $T_2$  als eine höhere Temperatur vorgesehen sein; genauer gesagt, es kann vorgesehen sein, dass die erste Temperatur  $T_1 < \text{zweite Temperatur } T_2$  ist oder dass die erste Temperatur  $T_1 > \text{zweite Temperatur } T_2$  ist.

**[0015]** Im Hinblick auf die vorstehend genannte Temperatursenkungsrate wird eine Rate von 2 bis 50°C/Std. angewandt. Eine Temperatursenkungsrate, die 50°C/Std. übersteigt, ist nicht bevorzugt, da der Temperaturnachlauf gestört wird und eine Rate unter 2°C/Std. ist vom Standpunkt der Produktivität nicht bevorzugt, da sie die Dauer der Behandlung verlängert. Die Temperatursenkungsrate beträgt bevorzugter 2 bis 20°C/Std, und am bevorzugtesten 2 bis 10°C/Std.

**[0016]** Im Hinblick auf die Form des vorgenannten optischen säulenförmigen synthetischen Quarzglases wird dieses bevorzugt als eine Säule mit einem Durchmesser von 150 bis 350 mm und einer Dicke von 40 bis 20 mm vorgelegt.

**[0017]** Im Hinblick auf den vorgenannten ersten und zweiten Abstand sind diese vorzugsweise gleich und werden in einem Bereich von 5 mm bis 100 mm vorgesehen. Falls das Quarzglas mit einem Abdeckkörper wie einem Behälter oder ähnlichem abgedeckt wird, wird der erste Abstand außerhalb von mindestens einer der Ebenen der oberen und unteren Oberflächen des Abdeckkörpers vorgesehen und der zweite Abstand wird außerhalb der äußeren, peripheren Seitenfläche dieses Abdeckkörpers vorgesehen. Auch in diesem Fall können der erste und der zweite Abstand gleich sein und im Bereich von 5 mm bis 100 mm vorgesehen sein.

**[0018]** Bei der vorgenannten Temperatursenkung werden vorzugsweise getrennte Temperatursteuerungsmechanismen für die lichtdurchlässige Ebene und die dazu senkrecht verlaufende Ebene verwendet.

**[0019]** Bei dem Kühlofen gemäß der vorliegenden Erfindung handelt es sich um einen Kühlofen zur

Wärmebehandlung einer säulenförmigen optischen synthetischen Quarzglas-Vorform, wobei die obere und untere Oberfläche lichtdurchlässige Oberflächen sind, gekennzeichnet dadurch dass er eine Kammer aufweist, die so angepasst ist, dass die synthetische Quarzglas-Vorform darin enthalten sein kann, eine lichtdurchlässige Oberfläche-heizende Heizeinrichtung, die so konfiguriert ist, dass sie mindestens einer der oberen und unteren Oberfläche des synthetischen Quarzglases erwärmt, und eine die Seitenfläche-heizende Heizeinrichtung, die so konfiguriert ist, dass sie die äußere, periphere Seitenfläche des synthetischen Quarzglases erwärmt, wobei die die lichtdurchlässige Oberfläche-heizende Heizeinrichtung und die die Seitenfläche-heizende Heizeinrichtung von getrennten Temperatursteuerungsmechanismen gesteuert werden. Im Hinblick auf die genannte Kammer ist eine säulenförmige Kammer bevorzugt.

Vorgehensweise bei der Durchführung der Erfindung

**[0020]** Die Vorgehensweise beim Einsatz des Kühlofens gemäß der vorliegenden Erfindung wird nachfolgend auf der Grundlage der [Abb. 2](#) bis [Abb. 5](#) der beigefügten Zeichnungen beschrieben.

**[0021]** Kurzbeschreibung der Zeichnungen:

**[0022]** [Fig. 1](#) zeigt eine Darstellung zur Erläuterung einer Ausführungsform eines säulenförmigen optischen synthetischen Quarzglases, wobei (a) eine Schrägangsicht der gesamten Ausführungsform und (b) eine Ansicht von (a) im Querschnitt darstellt.

**[0023]** [Fig. 2](#) zeigt in einer erläuternden Schrägangsicht in schematischer Darstellung eine Ausführungsform des zur Durchführung des Verfahrens zur Herstellung eines erfindungsgemäßen optischen synthetischen Quarzglases verwendeten Kühlofens.

**[0024]** [Fig. 3](#) zeigt in einer erläuternden Schrägangsicht in schematischer Darstellung eine weitere Ausführungsform des zur Durchführung des Verfahrens zur Herstellung eines erfindungsgemäßen optischen synthetischen Quarzglases verwendeten Kühlofens.

**[0025]** [Fig. 4](#) zeigt in einer erläuternden Schrägangsicht in schematischer Darstellung noch eine weitere Ausführungsform des zur Durchführung des Verfahrens zur Herstellung eines erfindungsgemäßen optischen synthetischen Quarzglases verwendeten Kühlofens.

**[0026]** [Fig. 5](#) zeigt in einer erläuternden Schrägangsicht in schematischer Darstellung eine Ausführungsform des Temperatursteuerungsmechanismus in einem Kühlofen.

**[0027]** [Fig. 6](#) zeigt ein Diagramm, in dem das Verhältnis zwischen der Temperatur und der Zeit bei der

Wärmebehandlung in Beispiel 1 dargestellt ist.

**[0028]** [Fig. 7](#) zeigt ein Diagramm, in dem das Verhältnis zwischen der Temperatur und der Zeit bei der Wärmebehandlung in Vergleichsbeispiel 1 dargestellt ist.

**[0029]** [Fig. 8](#) zeigt ein Diagramm, in dem das Verhältnis zwischen dem Abstand von der Mitte der lichtdurchlässigen Oberfläche des synthetischen Quarzglas-Bauteils der Wärmebehandlungslinie und dem Doppelbrechungswert in der lichtdurchlässigen Richtung in Beispiel 1 dargestellt ist.

**[0030]** [Fig. 9](#) zeigt eine erläuternde Ansicht einer Ausführungsform eines optischen synthetischen Quarzglases nach dem Stand der Technik, wobei (a) eine Schrägangsicht der gesamten Ausführungsform und (b) eine Ansicht von (a) im Querschnitt darstellt.

**[0031]** In [Fig. 2](#) ist eine erläuternde Schrägangsicht eines Beispiels eines Kühlofens gemäß der vorliegenden Erfindung dargestellt. Bezugnehmend auf diese Figur umfasst der Kühlofen **10A** eine zylindrische Kammer **12**. Die zylindrische Kammer **12** umfasst eine darin vorgelegte säulenförmige Basis **14**. Auf der oberen Oberfläche dieser säulenförmigen Basis **14** wird ein wärmezubehandelndes säulenförmiges, synthetisches Quarzglas **G** angebracht.

**[0032]** In der Figur ist ein Trennbauteil **16** auf der oberen Oberfläche des säulenförmigen synthetischen Quarzglases **G** im Innern der zylindrischen Kammer **12** vorgelegt. **18a** und **18b** bezeichnen Thermoelemente, wobei das Thermoelement **18a** auf Seiten der oberen Oberfläche an einer Stelle **P<sub>1</sub>**, die sich in einem ersten Abstand **R<sub>1</sub>** von beispielsweise 10 mm axial außerhalb der Mitte der oberen Ebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglases befindet, angebracht ist und das Thermoelement **18b** auf Seiten der Seitenebene an einer Stelle **P<sub>2</sub>**, die in einem zweiten Abstand **R<sub>2</sub>** von ungefähr 10 mm radial außerhalb der äußeren, peripheren Seitenebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglases **G** befindet, angebracht ist, so dass diese jeweils die Temperaturen an den Stellen **P<sub>1</sub>** und **P<sub>2</sub>** messen können.

**[0033]** Eine Heizeinrichtung **H<sub>1</sub>** zur Erwärmung der oberen Oberfläche (die lichtdurchlässige Oberfläche) ist auf der oberen Seite des Trennbauteils **16** vorgesehen. Andererseits ist auf der inneren, peripheren Seitenebene der zylindrischen Kammer **12** eine ringförmige Heizeinrichtung **H<sub>2</sub>** zur Erwärmung der Seitenebene vorgesehen.

**[0034]** Durch Einsatz der vorstehend beschriebenen Konfiguration kann die Temperatursteuerung auf Seiten der oberen Oberfläche des auf einer säulenförmigen Basis **14** angebrachten säulenförmigen

synthetischen Quarzglasses G im Innern des Trennbauteils **16** erfolgen, indem die Heizeinrichtung H1 zur Erwärmung der oberen Oberfläche (lichtdurchlässige Oberfläche) verwendet wird, und die Temperatursteuerung auf Seiten der Seitenebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglasses G kann außerhalb des Trennbauteils **16** erfolgen, indem die Heizeinrichtung H2 zur Erwärmung der Seitenebene verwendet wird.

**[0035]** In [Fig. 3](#) ist eine erläuternde Schrägansicht eines weiteren Beispiels eines Kühlofens gemäß der vorliegenden Erfindung dargestellt. In [Fig. 3](#) sind identische oder ähnliche Bauteile mit den selben Bezugssymbolen wie in [Fig. 2](#) versehen. Bezugnehmend auf die Figur wird ein horizontaler Kühlofen **10B** dargestellt. Der Kühlofen **10B** umfasst eine horizontal vorgesehene zylindrische Kammer **12**. Im Innern dieser zylindrischen Kammer **12** ist eine Basisplatte **14** eingesetzt.

**[0036]** Auf der oberen Oberfläche dieser Basisplatte **14** sind ein erstes Trennbauteil **16a** und ein zweites Trennbauteil **16b** so vorgesehen, dass sie einander in einem vorgegebenen Abstand voneinander gegenüberliegen und dass ein Befestigungsraum **17** gebildet werden kann. Das wärmezubehandelnde säulenförmige synthetische Quarzglas G ist so vorgesehen, dass es auf der Basisplatte **14** befestigt werden kann und in den Befestigungsraum **17** positioniert werden kann.

**[0037]** **18a**, **18a** und **18b** bezeichnen Thermoelemente, wobei die Thermoelemente **18a** und **18a** auf Seiten der oberen Oberfläche an der Stelle  $P_1$ , die sich in einem ersten Abstand  $R_1$  axial außerhalb der Mitte der oberen Ebene von mindestens einer oberen und unteren Oberfläche des vertikal vorgesehenen säulenförmigen synthetischen Quarzglasses befindet, beispielsweise an einer Stelle  $P_1$  in einem Abstand von 10 mm, und das Thermoelement **18b** auf Seiten der Seitenebene an einer Stelle  $P_2$ , die sich in einem zweiten Abstand  $R_2$ , beispielsweise einem Abstand von 10 mm, radial außerhalb der äußeren, peripheren Seitenebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglasses G befindet, so dass diese jeweils die Temperaturen an den Stellen  $P_1$  und  $P_2$  messen können.

**[0038]** Zur Erwärmung der oberen und unteren Oberflächen (lichtdurchlässige Oberflächen) sind für das erste und zweite Trennbauteil **16a** und **16b** jeweils Heizeinrichtungen H1 vorgesehen und andererseits ist zur Erwärmung der Seitenebenen auf der inneren, peripheren Seitenebene der zylindrischen Kammer **12** eine ringförmige Heizeinrichtung H2 vorgesehen.

**[0039]** Durch Einsatz der vorstehend beschriebenen Konfiguration kann die Temperatursteuerung auf

Seiten der oberen und der unteren Oberfläche des auf der Basisplatte **14** vorgesehenen säulenförmigen synthetischen Quarzglasses G im Innern der Trennbauteile **16a** und **16b** erfolgen, indem die Heizeinrichtungen H1 zur Erwärmung der oberen und unteren Oberflächen (lichtdurchlässige Oberflächen) verwendet werden, und die Temperatursteuerung auf Seiten der Seitenebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglasses G kann außerhalb der Trennbauteile **16a** und **16b** erfolgen, indem die Heizeinrichtung H2 zur Erwärmung der Seitenebene verwendet wird.

**[0040]** In [Fig. 4](#) ist eine erläuternde Schrägansicht eines weiteren Beispiels eines Kühlofens gemäß der vorliegenden Erfindung dargestellt. In [Fig. 4](#) sind identische oder ähnliche Bauteile mit den selben Bezugssymbolen wie in [Fig. 2](#) versehen. Bezugnehmend auf die Figur wird eine ähnliche Konfiguration wie für den Kühlofen in [Fig. 2](#) dargestellt mit der Ausnahme, dass das wärmezubehandelnde säulenförmige synthetische Quarzglas G in das Inner des Kühlofens **10C** platziert wird, der im Inneren eines Abdeckkörpers platziert ist, bei dem es sich um einen mit einem Quarzglasdeckel **19** vorgelegten, zylindrischen Behälter **20** handelt und das Thermoelement **18a** demzufolge an einer Stelle  $P_1$ , die sich in einem ersten Abstand  $R_1$ , beispielsweise an einer Stelle  $P_1$  in einem Abstand von 10 mm, axial außerhalb der Mitte der oberen Ebene des zylindrischen Behälters **20** befindet. Darüber hinaus sind Thermoelemente **18b** auf Seiten der Seitenebene an einer Stelle  $P_2$  vorgesehen, die sich in einem zweiten Abstand  $R_2$ , beispielsweise einem Abstand von 10 mm, radial außerhalb der äußeren, peripheren Seitenebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglasses befindet, so dass die Thermoelemente **18a** bzw. **18b** jeweils die Temperaturen an den Stellen  $P_1$  bzw.  $P_2$  messen können. Dabei ist es möglich, die Temperaturen der oberen und unteren Oberfläche und der äußeren, peripheren Seitenebene des synthetischen Quarzglasses G getrennt zu steuern, und zwar sogar wenn das synthetische Quarzglas von einem solchen zylindrischen Behälter **20** umschlossen wird.

**[0041]** Nachfolgend wird der Mechanismus zur Temperatursteuerung für den Kühlofen beschrieben. [Fig. 5](#) zeigt in einer erläuternden Schrägansicht ein Beispiel eines Temperatursteuerungsmechanismus in schematischer Darstellung. In dieser Figur dient der in [Fig. 2](#) dargestellte Kühlofen **10A** als beispielhafter Kühlofen. Ähnlich wie bei dem in [Fig. 2](#) dargestellten Fall ist der Kühlofen **10A** mit einer zylindrischen Kammer **12**, einer säulenförmigen Basis **14**, einem Trennbauteil **16** und Thermoelementen **18a** und **18b** ausgestattet, wobei ein wärmezubehandelndes säulenförmiges, synthetisches Quarzglas G auf der säulenförmigen Basis **14** befestigt ist. Das Thermoelement **18a** für die obere Oberfläche ist an einer Stelle  $P_1$  vorgesehen, die sich in einem ersten Abstand  $R_1$  axial außerhalb der Mitte der oberen Ebene

des säulenförmigen synthetischen Quarzglases G befindet und das Thermoelement **18b** auf Seiten der Seitenebene ist an einer Stelle  $P_2$  befestigt, die in einem zweiten Abstand  $R_2$  radial außerhalb der äußeren, peripheren Seitenebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglases G vorgesehen ist, und dienen jeweils zur Messung der Temperatur an den Stellen  $P_1$  bzw.  $P_2$ .

**[0042]** Zur Erwärmung der oberen Oberfläche (lichtdurchlässige Oberfläche) ist an der oberen Seite des Trennbauteils **16** eine Heizeinrichtung **H1** vorgesehen und zur Erwärmung der Seitenebene ist an der inneren, peripheren Seitenebene der zylindrischen Kammer **12** eine ringförmige Heizeinrichtung **H2** vorgesehen.

**[0043]** Die von dem Thermoelement **18a** auf Seiten der oberen Oberfläche an der Stelle  $P_1$  gemessene Temperatur  $T_1$  wird an ein erstes Vergleichsteilstück **21a** übermittelt und mit der zuvor in das Programm eingegebenen Temperatur  $T_3$  verglichen. Die am ersten Teilstück **21a** erhaltenen Vergleichsdaten über die Temperaturen  $T_1$  und  $T_3$  werden anschließend an das erste Steuerungsteilstück **22a** übermittelt. Das vom ersten Steuerungsteilstück **22a** auf der Grundlage der Vergleichsdaten erzeugte Steuersignal steuert die Heizeinrichtung **H1** zur Erwärmung der lichtdurchlässigen Oberfläche (obere Oberfläche) zur Steuerung der Temperatur auf Seiten der oberen Oberfläche des säulenförmigen synthetischen Quarzglases G. Folglich besteht der Temperatursteuerungsmechanismus A auf Seiten der oberen Oberfläche aus dem Thermoelement **18a** auf Seiten der oberen Oberfläche, dem ersten Vergleichsteilstück **21a**, dem ersten Steuerungsteilstück **22a** und einer Heizeinrichtung **H1** zur Erwärmung der lichtdurchlässigen Oberfläche.

**[0044]** Andererseits wird die von dem Thermoelement **18a** auf Seiten der Seitenebene an der Stelle  $P_2$  gemessene Temperatur  $T_2$  an ein zweites Vergleichsteilstück **21b** übermittelt und mit der zuvor in das Programm eingegebenen Temperatur  $T_4$  verglichen. Die am zweiten Teilstück **21b** erhaltenen Vergleichsdaten über die Temperaturen  $T_2$  und  $T_4$  werden anschließend an das zweite Steuerungsteilstück **22b** übermittelt. Das vom zweiten Steuerungsteilstück **22b** auf der Grundlage der Vergleichsdaten erzeugte Steuersignal steuert die Heizeinrichtung **H2** zur Erwärmung auf Seiten der Seitenebene zur Steuerung der Temperatur auf Seiten der Seitenebene des säulenförmigen synthetischen Quarzglases G. Folglich besteht der Temperatursteuerungsmechanismus B auf Seiten der Seitenebene aus dem Thermoelement **18b** auf Seiten der oberen Oberfläche, dem zweiten Vergleichsteilstück **21b**, dem zweiten Steuerungsteilstück **22b** und einer Heizeinrichtung **H2** zur Erwärmung auf Seiten der Seitenebene.

**[0045]** Bei dem in [Fig. 5](#) dargestellten Beispiel wird spezieller Bezug auf einen Fall genommen, bei dem lediglich das Thermoelement **18a** auf Seiten der oberen Oberfläche als das Thermoelement auf Seiten der lichtdurchlässigen Oberfläche vorgelegt ist; [Fig. 3](#) ist jedoch zu entnehmen, dass die Heizeinrichtung zur Erwärmung der lichtdurchlässigen Oberfläche und die Heizeinrichtung zur Erwärmung der Seitenebene getrennt voneinander durch individuelle Temperatursteuerungsmechanismen gesteuert werden können, und zwar auch dann, wenn auch ein Thermoelement auf Seiten der unteren Oberfläche vorgelegt ist.

**[0046]** Nachfolgend wird die vorliegende Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert, doch ist dabei zu beachten, dass diese Beispiele die vorliegende Erfindung in keiner Weise einschränken.

**[0047]** Die in den Beispielen und Vergleichsbeispielen genannten physikalischen Eigenschaften wurden jeweils anhand der folgenden Messmethoden ermittelt.

**[0048]** Doppelbrechung: Die Messungen erfolgten anhand eines mit einem He-Ne-Laser (632,8 nm) als die Lichtquelle ausgestatteten automatischen Doppelbrechungsmessgeräts (EXICOR 350AT, Hersteller: HINDS Instruments, Inc.).

**[0049]** Brechungsindexverteilung  $\Delta n$ : Die Messungen erfolgten anhand eines mit einem He-Ne-Laser (632,8 nm) als die Lichtquelle ausgestatteten Interferenzmessgerät (Mark GPIxp, Hersteller: Zygo Corporation).

#### Beispiel 1

**[0050]** Ein Block aus synthetischem Quarzglas mit einem Außendurchmesser von 120 mm und einer Länge von 630 mm wurde mit Hilfe eines direkten Flammenhydrolyseverfahrens, bestehend aus der Einführung von vergastem, hochreinem Methyltrime-thoxysilan in eine Knallgasflamme zur Bildung von rußähnlichem Siliziumdioxid und der Schmelzablagerung des erhaltenen Produkts auf einem rotierenden Basiskörper, hergestellt. Die beiden Enden des auf diese Weise erhaltenen Blocks wurden an die Stützstäbe angeschweißt, die von den Spannfuttern einer Drehbank für die Quarzglasbearbeitung gehalten wurden, um den Block aus synthetischem Quarz zu drehen.

**[0051]** Der rotierende Block wurde mit einem Brenner lokal erwärmt, um eine Region in Form eines geschmolzenes Bandes zu bilden, und durch Änderung der Drehrichtung und der Anzahl der Umdrehungen des Spannfutters unabhängig voneinander wurde eine Spannung in der Region in Form eines geschmolzenes Bandes aufgebaut. Auf diese Weise

wurden Schlierenbildungen aus dem Block entfernt und dieser homogenisiert. Anschließend wurde der Abstand zwischen den Spannfuttern der Drehbank für die Quarzglasbearbeitung verringert, um das synthetische Quarzglas durch Druckeinwirkung auf das synthetische Quarzglas zu einer ballähnlichen Form zu verformen, das ballähnliche Quarzglas wurde abgeschnitten und der Block aus synthetischem Quarzglas wurde am Stützstab des Stütztischs so angebracht, dass die Schnittebenen als untere und obere Ebene zu liegen kamen. Anschließend wurde der Block aus synthetischem Quarzglas durch Erwärmung mit einem Brenner zur Zwecke der Erweichung erneut homogenisiert. Auf diese Weise wurde ein stabförmiger Block aus synthetischem Quarzglas erhalten.

**[0052]** An dem auf diese Weise erhaltenen Block waren in drei Richtungen weder Schlieren noch Schichtstrukturen zu erkennen. Zur Formung dieses Blocks aus synthetischem Quarzglas wurde der Block in einen Graphittiegel mit einem Na-Asche-Gehalt von 20 ppm oder weniger gestellt und der Block nach Ersetzen der Atmosphäre im Innern des Tiegels durch Stickstoffgas und Halten der Temperatur im Innern des Tiegels bei 1900°C zu Formungszwecken 10 Minuten im Tiegel bei dieser Temperatur gehalten. Das säulenförmige Quarzglas-Bauteil mit einem Außendurchmesser von 300 mm und einer Dicke von 100 mm wurde im Innern eines Kühlofens aus einem Ofenmaterial mit einem Aluminiumoxidanteil von 99% oder mehr und einem ähnlichen Aufbau wie in [Fig. 2](#) dargestellt so gehalten, dass die lichtdurchlässige Richtung in vertikaler Richtung vorgesehen ist. Der erste und der zweite Abstand wurden in dem in [Fig. 2](#) dargestellten Kühlofen jeweils mit 10 mm vorgesehen.

**[0053]** Unter Beibehaltung des vorstehend beschriebenen Zustands wurde das Quarzglas-Bauteil 50 Stunden bei 1150°C gehalten gemäß dem in [Fig. 6](#) dargestellten Temperaturprogramm. Anschließend wurde die Temperatur auf Seiten der oberen Oberfläche (bei der ersten Temperatur  $T_1$ ) mit einer Rate von 10°C/Std. gesenkt. Eine Stunde nach Beginn der Temperatursenkung wurde die Temperatur auf Seiten der äußeren, peripheren Seitenebene (bei einer zweiten Temperatur  $T_2$ ) mit einer Rate von 10°C/Std. gesenkt und das Quarzglas-Bauteil, sobald die von dem auf Seiten der oberen Oberfläche vorgesehenen Thermolelement angezeigte Temperatur 800°C erreicht hatte, einer natürlichen Abkühlung unterzogen wurde. Die optischen Eigenschaften des Bauteils aus synthetischem Quarzglas wurden untersucht und ein Diagramm zur Darstellung des Verhältnisses zwischen dem Abstand von der Mitte der lichtdurchlässigen Oberfläche und dem Wert der Doppelbrechung erhalten, wie [Fig. 8](#) zu entnehmen ist, wobei die Linie mit den schwarzen Quadraten den Messungen an Vergleichsbeispiel 1 entspricht und die Linie mit den

Rauten Beispiel 1 wiedergibt. Bezugnehmend auf [Fig. 8](#), belief sich der Höchstwert der Doppelbrechung in der lichtdurchlässigen Richtung auf 0,25 nm/cm. Es wurde eine Brechungsindexverteilung  $\Delta n$  von  $1,5 \times 10^{-6}$  erhalten.

### Beispiel 2

**[0054]** Ein Quarzglas-Bauteil, das mit einem ähnlichen Verfahren wie dem in Beispiel 1 beschriebenen geformt wurde, wurde vertikal in einen Kühlofen mit einem ähnlichen Aufbau wie in der Darstellung der [Fig. 3](#) platziert. Das Quarzglas-Bauteil wurde einer ähnlichen Wärmebehandlung unterzogen wie laut Beschreibung zu Beispiel 1, um ein Bauteil aus synthetischem Quarzglas zu erhalten. Bei der Untersuchung der optischen Eigenschaften des Bauteils aus synthetischem Quarzglas wurde ein Doppelbrechungs-Höchstwert in der lichtdurchlässigen Richtung von 0,24 nm/cm und eine Brechungsindexverteilung  $\Delta n$  von  $1,2 \times 10^{-6}$  erhalten.

### Beispiel 3

**[0055]** Ein Quarzglas-Bauteil, das mit einem ähnlichen Verfahren wie dem in Beispiel 1 beschriebenen geformt wurde, wurde in einen zylindrischen Behälter aus Quarzglas platziert und vertikal in einem Kühlofen mit einem ähnlichen Aufbau wie in der Darstellung der [Fig. 3](#) vorgesehen. In diesem Fall wurden die Thermoelemente für die Temperatursteuerung an einer Stelle im Abstand von 10 mm außerhalb der Mitte der oberen Oberfläche des zylindrischen Behälters und an einer Stelle im Abstand von 10 mm außerhalb der äußeren, peripheren Oberfläche des Behälters vorgesehen. Zur Herstellung des Bauteils aus synthetischem Quarzglas diente ein ähnliches Verfahren wie laut Beschreibung zu [Fig. 1](#), mit der Abweichung, dass die Temperatur auf Seiten der oberen Oberfläche des Behälters mit einer Rate von 20°C/Std gesenkt wurde, nachdem sie 50 Stunden bei 1150°C gehalten worden war, und die Temperatursenkung auf Seiten der äußeren, peripheren Oberfläche 30 Minuten später mit einer Rate von 20°C/Std. begonnen wurde und dass der Behälter der natürlichen Abkühlung überlassen wurde, sobald die Temperatur 800°C erreicht hatte. Bei der Untersuchung der optischen Eigenschaften des Bauteils aus synthetischem Quarzglas wurde ein Doppelbrechungs-Höchstwert in der lichtdurchlässigen Richtung von 0,22 nm/cm und eine Brechungsindexverteilung  $\Delta n$  von  $1,0 \times 10^{-6}$  erhalten.

### Vergleichsbeispiel 1

**[0056]** Zur Herstellung eines Bauteils aus synthetischem Quarzglas diente ein ähnliches Verfahren wie laut Beschreibung zu Beispiel 1, mit der Abweichung, dass die Temperatur des im Innern des Kühlofens vorgesehenen Bauteils aus synthetischem Quarz-

glas mit einer Rate von 10°C/Std gemäß dem in [Fig. 7](#) dargestellten Temperaturprogramm gesenkt wurde, nachdem das Bauteil ohne Anwendung von getrennten Temperatursteuerungen für 50 Stunden bei 1150°C gehalten worden war und das Bauteil der natürlichen Abkühlung überlassen wurde, sobald die Temperatur 800°C erreicht hatte. Die optischen Eigenschaften des Bauteils aus synthetischem Quarzglas wurden untersucht und ein Diagramm zur Darstellung des Verhältnisses zwischen dem Abstand von der Mitte der lichtdurchlässigen Oberfläche und dem Wert der Doppelbrechung erhalten, wie [Fig. 8](#) zu entnehmen ist (Linie mit Rauten). Bezugnehmend auf [Fig. 8](#), belief sich der Höchstwert der Doppelbrechung in der lichtdurchlässigen Richtung auf 2,4 nm/cm. Es wurde eine Brechungsindexverteilung  $\Delta n$  von  $2,3 \times 10^{-6}$  erhalten.

#### Vergleichsbeispiel 2

**[0057]** Wie in Beispiel 1 wurde die Temperatur auf Seiten der oberen Oberfläche mit einer Rate von 10°C/Std. gesenkt, nachdem das im Innern des Kühlofens vorgesehene Bauteil aus Quarzglas 50 Stunden bei 1150°C gehalten worden war. Es wurde das selbe Verfahren wie laut Beschreibung zu Beispiel 1 verwendet, mit der Abweichung, dass 3 Stunden nach Beginn der Abkühlung auf Seiten der oberen Oberfläche die äußere, periphere Seite mit einer Rate von 10°C/Std. gekühlt wurde und dass das Bauteil der natürlichen Abkühlung überlassen wurde, sobald die angezeigte Temperatur 800°C erreicht hatte. Bei der Untersuchung der optischen Eigenschaften des Bauteils aus synthetischem Quarzglas wurde ein Doppelbrechungs-Höchstwert in der lichtdurchlässigen Richtung von 2,0 nm/cm und eine Brechungsindexverteilung  $\Delta n$  von  $3,4 \times 10^{-6}$  erhalten.

#### Vergleichsbeispiel 3

**[0058]** Wie in Beispiel 1 wurde die Temperatur auf Seiten der oberen Oberfläche zunächst mit einer Rate von 80°C/Std. gesenkt, nachdem das im Innern des Kühlofens vorgesehene Bauteil aus Quarzglas 50 Stunden bei 1150°C gehalten worden war. Es wurde das selbe Verfahren wie laut Beschreibung zu Beispiel 1 herangezogen, mit der Abweichung, dass 3 Minuten nach Beginn der Abkühlung auf Seiten der oberen Oberfläche die äußere, periphere Seite der natürlichen Abkühlung überlassen wurde, sobald die Temperatur 800°C erreicht hatte. Bei der Untersuchung der optischen Eigenschaften des Bauteils aus synthetischem Quarzglas wurde ein Doppelbrechungs-Höchstwert in der lichtdurchlässigen Richtung von 1,8 nm/cm und eine Brechungsindexverteilung  $\Delta n$  von  $3,7 \times 10^{-6}$  erhalten.

#### Vorteil der Erfindung

**[0059]** Wie vorstehend beschrieben wurde, kann

mit dem Verfahren der vorliegenden Erfindung ein großer Effekt erzielt werden, indem es die Produktion eines optischen Quarzglases mit einer Doppelbrechung in der lichtdurchlässigen Richtung von unter 0,5 nm/cm und einer günstigen Brechungsindexverteilung ermöglicht.

#### Bezugszeichenliste

<b>10A, 10B und 10C</b>	Kühlöfen
<b>12</b>	zylindrische Kammer
<b>14</b>	säulenförmige Basis
<b>14</b>	Basisplatte
<b>16</b>	Trennbauteil
<b>16a</b>	erstes Trennbauteil
<b>16b</b>	zweites Trennbauteil
<b>17</b>	Befestigungsraum
<b>18a und 18b</b>	Thermoelemente
<b>19</b>	Deckel
<b>20</b>	zylindrischer Behälter
<b>21a</b>	erstes Vergleichsteilstück
<b>21b</b>	zweites Vergleichsteilstück
<b>22a</b>	erstes Steuerungsteilstück
<b>22b</b>	zweites Steuerungsteilstück
<b>A</b>	Temperatursteuerungsmechanismus für die Seite der oberen Oberfläche
<b>B</b>	Temperatursteuerungsmechanismus für die Seite der Seitenfläche
<b>E</b>	lichtdurchlässige Oberfläche
<b>F</b>	isotherme Oberfläche
<b>G</b>	säulenförmiges, synthetisches Quarzglas
<b>H1 und H2</b>	Heizeinrichtungen
<b>L</b>	lichtdurchlässige Richtung
<b>P<sub>1</sub> und P<sub>2</sub></b>	Temperaturmessstellen
<b>R<sub>1</sub></b>	erster Abstand
<b>R<sub>2</sub></b>	zweiter Abstand

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines optischen synthetischen Quarzglases, gekennzeichnet dadurch, dass bei einem Schritt der Erhöhung der Temperatur einer säulenförmigen optischen synthetischen Quarzglas-Vorform (G) auf eine Temperatur von 800°C bis 1200°C und nach dem Beibehalten der Temperatur der synthetischen Quarzglas-Vorform in dem genannten Bereich für eine bestimmte Dauer, zur Temperatursenkung die Temperatur bei Bestehen eines Temperaturunterschieds von 1 bis 20°C zwischen der Temperatur einer lichtdurchlässigen Oberfläche (E) der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform und der Temperatur einer äußeren, peripheren Seitenfläche der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform mit Temperatursenkungsraten von 2 bis 50°C/Std. gesenkt wird.

2. Verfahren zur Herstellung eines optischen syn-

thetischen Quarzglasses gekennzeichnet dadurch, dass bei einem Schritt der Erhöhung der Temperatur einer säulenförmigen optischen synthetischen Quarzglas-Vorform (G) auf eine Temperatur im Bereich von 800°C bis 1200°C und nach dem Beibehalten der Temperatur für eine bestimmte Dauer, zur Temperatursenkung die Temperatur bei Bestehen eines Temperaturunterschieds von 1 bis 20°C zwischen einer ersten Temperatur  $T_1$  an der Stelle, die sich in einem ersten Abstand axial außerhalb einer Mitte von mindestens einer oberen oder unteren Oberfläche, bei denen es sich um lichtdurchlässige Oberflächen (E) der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform handelt, befindet, und einer zweiten Temperatur  $T_2$  an einer Stelle, die sich in einem zweiten Abstand außerhalb einer äußeren, peripheren Seitenfläche der optischen synthetischen Quarzglas-Vorform befindet, mit Temperatursenkungsraten von 2 bis 50°C/Std. gesenkt wird.

3. Verfahren zur Herstellung eines optischen synthetischen Quarzglasses nach Anspruch 2, wobei der erste Abstand ( $R_1$ ) und der zweite Abstand ( $R_2$ ) von 5 mm bis 100 mm betragen.

4. Verfahren zur Herstellung eines optischen synthetischen Quarzglasses nach Anspruch 2 oder 3, wobei in dem Temperatursenkungsschritt die erste Temperatur  $T_1$  niedriger als die zweite Temperatur  $T_2$  ist.

5. Verfahren zur Herstellung eines optischen synthetischen Quarzglasses nach Anspruch 2 oder 3, wobei in dem Temperatursenkungsschritt die erste Temperatur  $T_1$  höher als die zweite Temperatur  $T_2$  ist.

6. Verfahren zur Herstellung eines optischen synthetischen Quarzglasses nach einem der Ansprüche 2 bis 5, wobei in dem Temperatursenkungsschritt getrennte Temperatursteuerungsmechanismen (A; B) für eine Oberfläche parallel zur lichtdurchlässigen Oberfläche (E) und die zur lichtdurchlässigen Oberfläche senkrechte Oberfläche verwendet werden.

7. Verfahren zur Herstellung eines optischen synthetischen Quarzglasses nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die vorstehend beschriebene optische synthetische Quarzglas-Vorform (G) eine säulenförmige Vorform mit einem Durchmesser von 150 bis 350 mm und einer Dicke von 40 bis 120 mm ist.

8. Kühlofen (**10A; 10B; 10C**) zur Wärmebehandlung einer säulenförmigen optischen synthetischen Quarzglas-Vorform (G), wobei die obere und untere Oberfläche lichtdurchlässige Oberflächen (E) sind, gekennzeichnet dadurch dass er eine Kammer (**12**) aufweist, die so angepasst ist, dass die synthetische Quarzglas-Vorform darin enthalten sein kann, eine lichtdurchlässige Oberfläche-heizende Heizeinrichtung (H1), die so konfiguriert ist, dass sie mindestens einer der oberen und unteren Oberfläche des synthe-

tischen Quarzglasses in der Kammer (**12**) erwärmt, und eine die Seitenfläche-heizende Heizeinrichtung (H2), die so konfiguriert ist, dass sie die äußere, periphere Seitenfläche des synthetischen Quarzglasses erwärmt, wobei die die lichtdurchlässige Oberfläche heizende Heizeinrichtung (H1) und die die Seitenfläche heizende Heizeinrichtung (H2) von getrennten Temperatursteuerungsmechanismen (A; B) gesteuert werden.

Es folgen 10 Blatt Zeichnungen

Fig. 1A

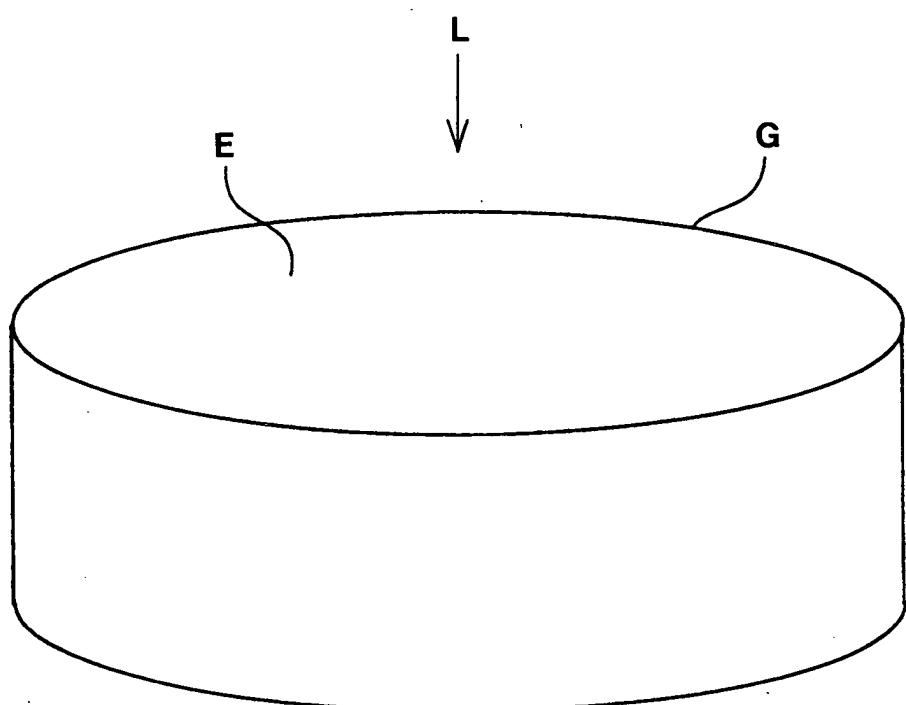


Fig. 1B

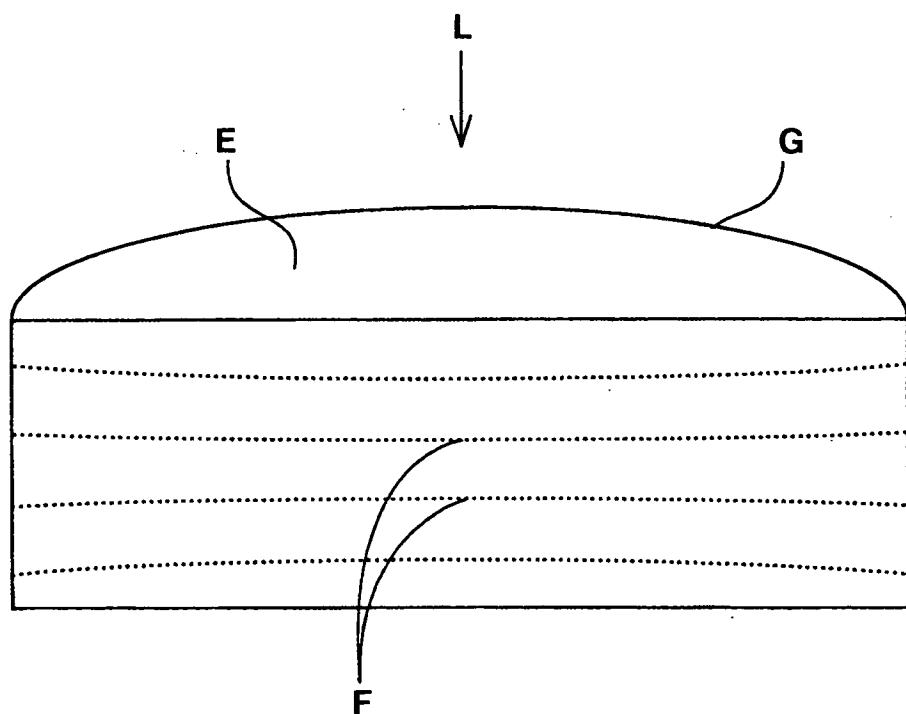


Fig. 2

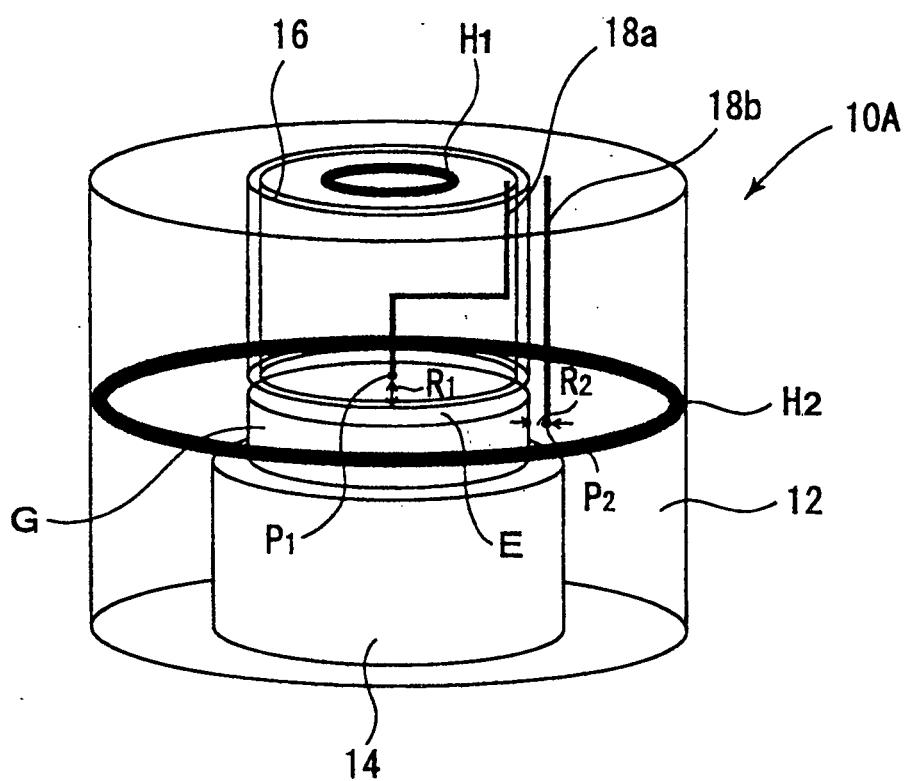


Fig. 3

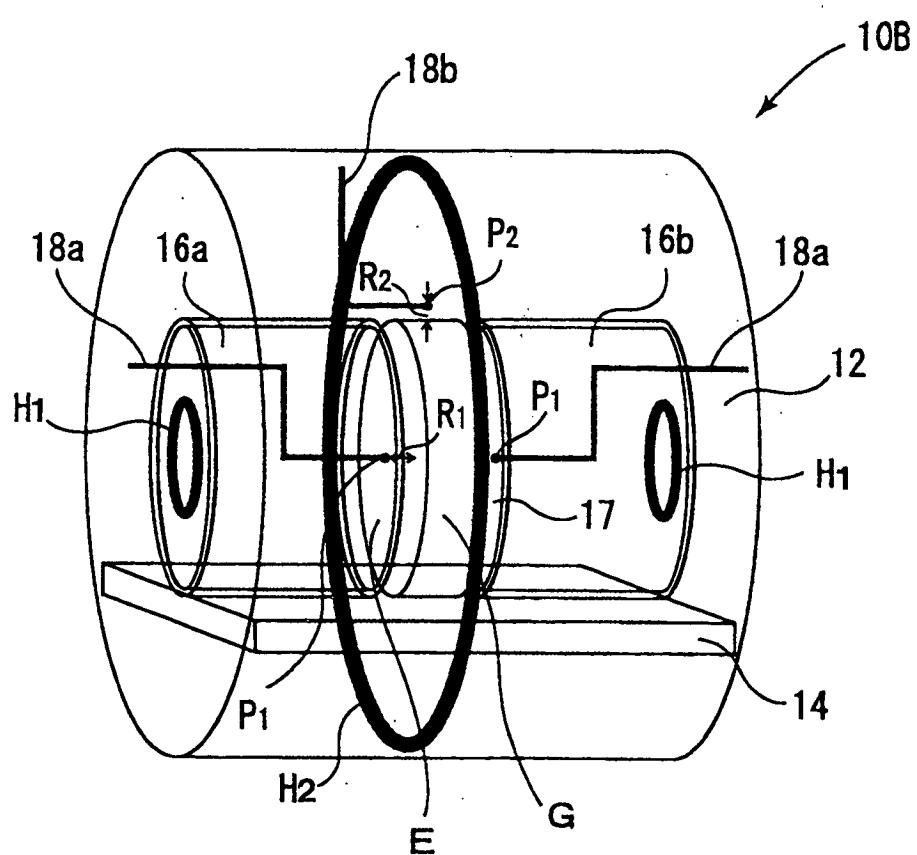


Fig. 4

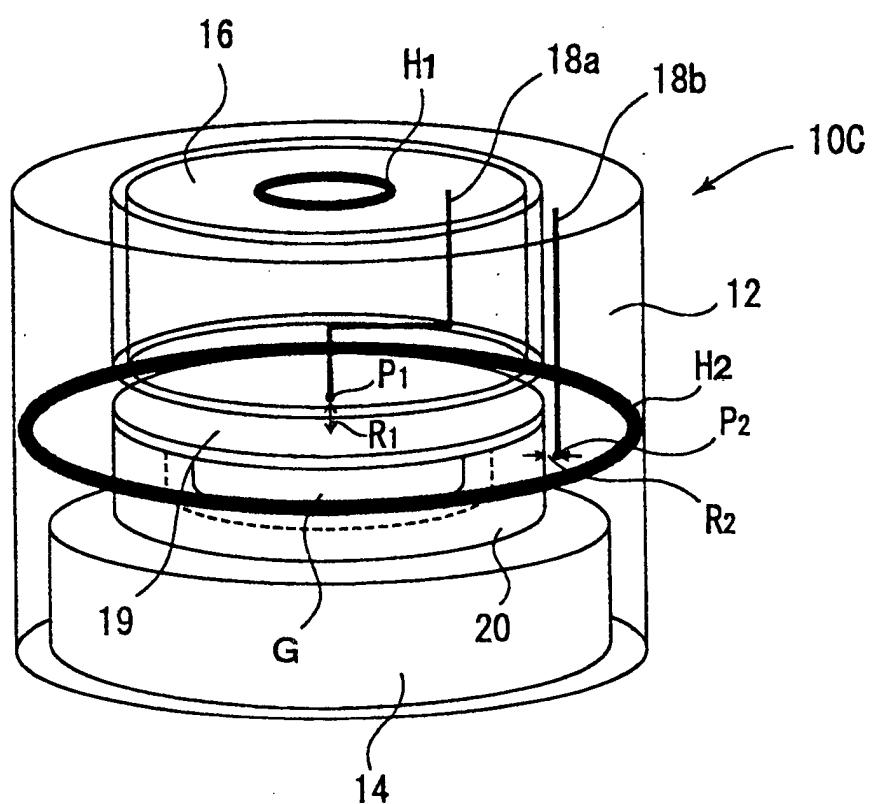


Fig. 5

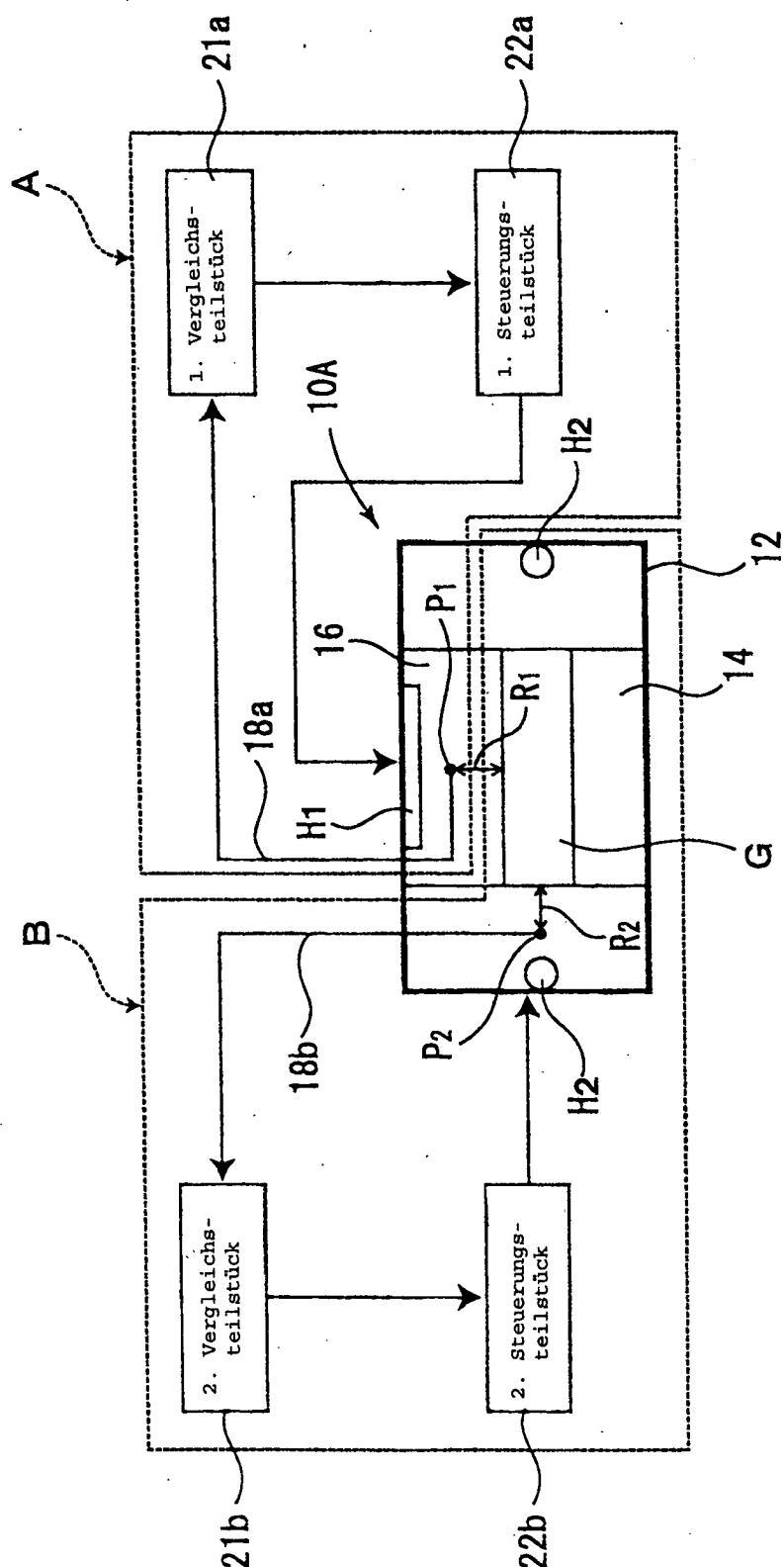


Fig. 6

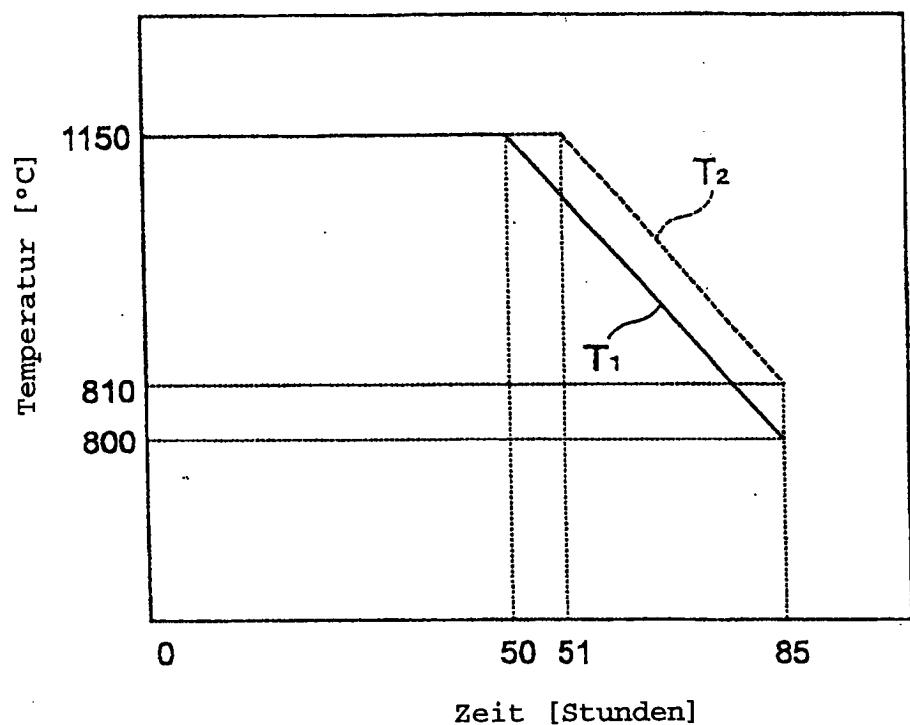


Fig. 7

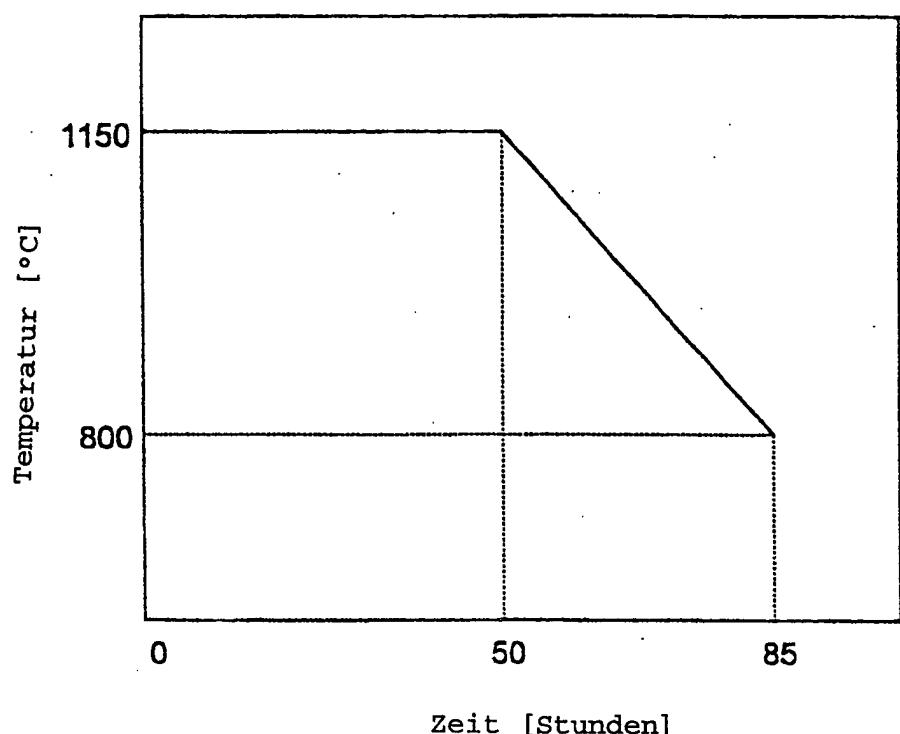


Fig. 8

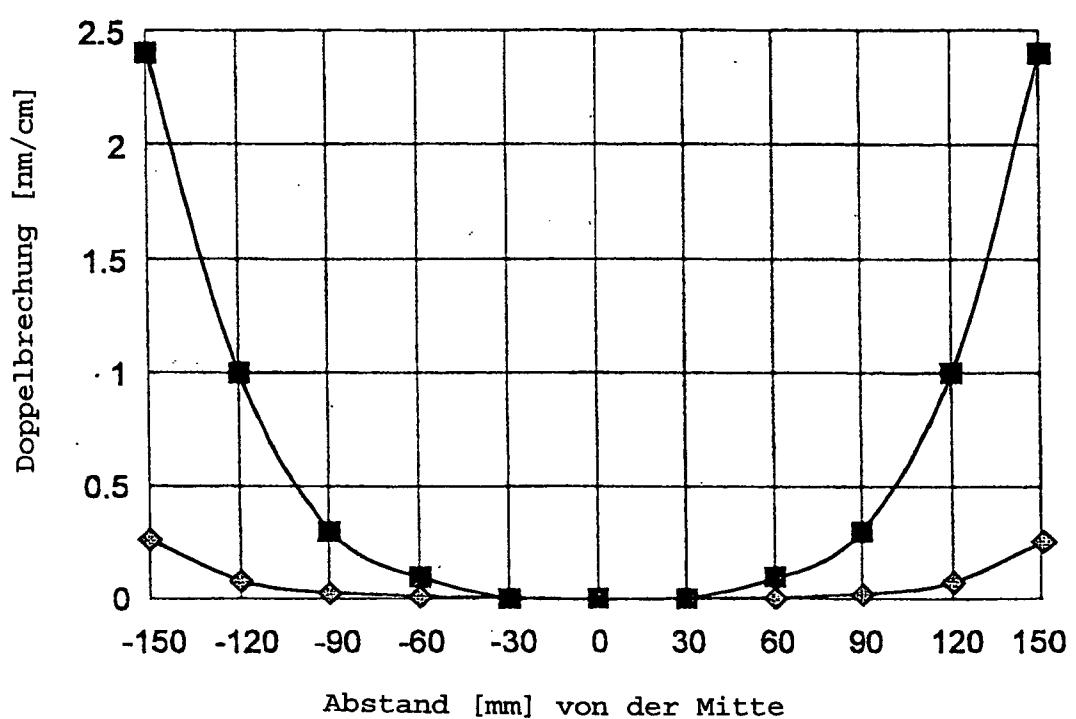


Fig. 9A

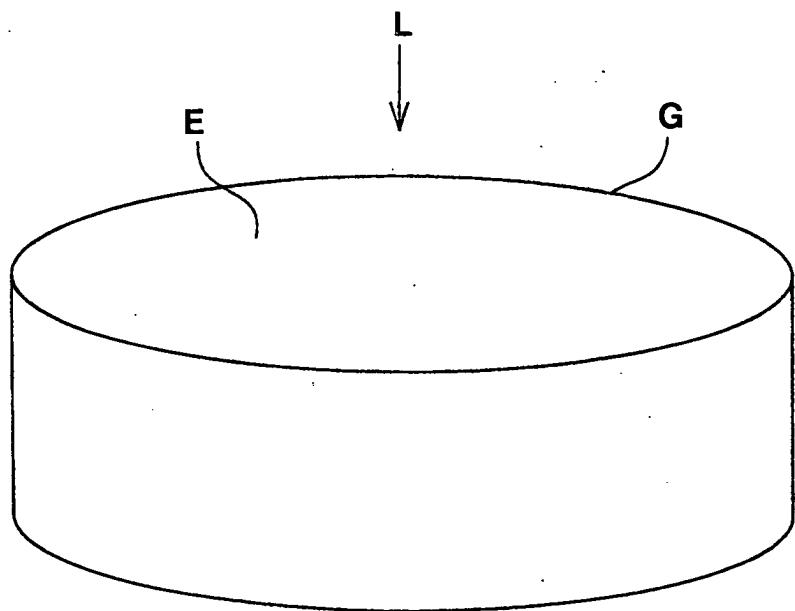


Fig. 9B

