

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3770566号

(P3770566)

(45) 発行日 平成18年4月26日(2006.4.26)

(24) 登録日 平成18年2月17日(2006.2.17)

(51) Int. Cl.		F I		
CO3B 20/00	(2006.01)	CO3B 20/00		A
CO3B 19/09	(2006.01)	CO3B 19/09		

請求項の数 5 (全 6 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平8-30132 (22) 出願日 平成8年1月25日(1996.1.25) (65) 公開番号 特開平9-202632 (43) 公開日 平成9年8月5日(1997.8.5) 審査請求日 平成14年12月27日(2002.12.27)</p>	<p>(73) 特許権者 000190138 信越石英株式会社 東京都新宿区西新宿1丁目22番2号 (74) 代理人 100101960 弁理士 服部 平八 (72) 発明者 横田 透 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信 越石英株式会社 石英技術研究所内 審査官 浅見 節子 (56) 参考文献 特開昭56-169137(JP, A) 特開平7-300326(JP, A)</p>
---	--

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリンダー状石英ガラスの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

内面円筒状のカーボン製鋳型に、該鋳型の内径より僅かに小径の第一のガラス管とこの第一のガラス管よりも小径の第二のガラス管を同心円状に配置し、前記第二のガラス管内にその全長にわたってカーボン支持棒を設置したのち、第一のガラス管と第二のガラス管の間に石英粉を充填し、それを減圧下で下部から上方に順に加熱溶解することを特徴とするシリンダー状石英ガラスの製造方法。

【請求項2】

加熱溶解を充填石英粉の下部が上部より少なくとも30 高い温度に維持しながら行うことを特徴とする請求項1記載のシリンダー状石英ガラスの製造方法。

【請求項3】

真空下での加熱溶解を石英粉の溶解温度まで行ったのち該温度から降温することなく、不活性ガスを導入し0.5~3気圧の加圧下で行うことを特徴とする請求項1記載のシリンダー状石英ガラスの製造方法。

【請求項4】

ガラス管のOH基濃度が30ppm以下であることを特徴とする請求項1記載のシリンダー状石英ガラスの製造方法。

【請求項5】

石英粉が結晶質石英粉であってその粒度が50~300μmの範囲にあることを特徴とする請求項1記載のシリンダー状石英ガラスの製造方法。

10

20

【発明の詳細な説明】**【0001】****【産業上の利用分野】**

本発明は、任意の口径のシリンダー状石英ガラスの製造方法、さらに詳しくは半導体製品の製造工程で用いる石英ガラス治具の形成に好適な気泡がなくOH基濃度が低く高温粘性が高い、任意の口径のシリンダー状石英ガラスの製造方法に関する。

【0002】**【従来技術】**

従来、石英ガラスは高純度で、しかも耐熱性に優れているところから半導体ウエハーの処理工程で使用される石英ガラス治具用素材として使用されてきた。近年、前記半導体ウエハーの処理に使用する石英ガラス治具が肉厚の部材を多く使用するようになり、それを作成するむく棒、管或は板は酸水素火炎中に石英粉を供給しながら溶融堆積させるいわゆるベルヌイ法で製造されていたが、製造時間が長くなりコスト高になるといった欠点があった。そこで、大型化が可能で、かつ水酸基濃度が低く高温粘度の高い石英ガラスの製造方法である、カーボン製鑄型に石英粉を充填しそれを電気炉を用いて加熱溶融する製造方法（以下カーボン鑄型法という）が提案された。しかし前記製造方法では石英粉がガラス化する前にカーボン製鑄型内表面と充填石英粉の接触部分で熱反応が始まり、それが一定の深さまで進行して石英ガラスの外表面に荒れを作ったり、或は前記熱反応で発生した汚染ガスが充填石英粉の隙間を通過して内部に移動し石英ガラスの外層部を汚染したりして製品の歩留を低くするといった問題点があった。また、前記製造方法で比較的大口径のシリンダー状石英ガラスを製造する場合、石英粉層の外周部に比べ中心部の加熱溶融が遅いため、充填石英粉の外周部で発生したガスが中心部分に移動しそのまま気泡として残存し気泡含有石英ガラスが得られるという問題もあった。前記気泡の発生の問題を解決するため溶融時あるいは溶融後に加圧下で再度加熱する方法が、例えば特開昭48-36214号公報、特公昭56-5695号公報等で提案されている。しかしながら、前記公報記載の方法では高圧を必要とするところから炉の構築費用が増大し製造コストを押し上げるという欠点があった。

【0003】**【発明が解決しようとする課題】**

こうした現状に鑑み、本発明者等は、半導体処理治具等の製造に有用な石英ガラスを生産性高く製造する方法について鋭意研究を続けた結果、カーボン鑄型法による石英ガラスの外表面の荒れや外層部の汚染が、カーボン製鑄型と石英粉との熱反応に起因し、その熱反応がカーボン製鑄型と石英粉との接触面積の増大で加速されることがわかった。そして前記外表面の荒れや外層部の汚染がカーボン製鑄型の内周壁と充填石英粉との間にガラス層を介在させカーボン製鑄型と石英粉を直接接触させないとともに、充填石英粉中に含有する気体を充分排気しながら加熱溶融することで解決すること、また石英ガラス中心部への気泡の集中化は、充填石英粉の外周部と中心部とで溶融に時間差があり、外側が加熱され溶融されても中心部が未溶融の状態であり、外側で発生したガスが石英粉充填層を通過して中心部に移行し、そこに残り残されたり、或は石英粉層の内部の溶融で発生したガスが熱により上昇しようとしても上部が既にガラス化されていて気体の逃げ場がなくなりそのまま残留することが原因であることもわかった。前記欠点は、石英粉の加熱を外側と同時に中心部からも行うことで解決できること、を見出した。こうした知見に基づいて本発明は完成したものである。すなわち、

【0004】

本発明は、気泡がなく、外表面の荒れや外層部の汚染の少ないシリンダー状透明石英ガラスの製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

また、本発明は、任意の口径の透明なシリンダー状石英ガラスを生産性よく製造する方法を提供することを目的とする。

【0006】

10

20

30

40

50

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成する本発明は、内面円筒状のカーボン製鋳型に、該鋳型の内径より僅かに小径の第一のガラス管とこの第一のガラス管よりも小径の第二のガラス管を同心円上に配置し、かつ該第二のガラス管内にその全長にわたってカーボン支持棒を設置し、第一のガラス管と第二のガラス管の間に石英粉を充填し、減圧下に下部から上方に順に溶融するシリンダー状石英ガラスの製造方法に係る。

【0007】

本発明で使用する石英粉としては半導体治具においては高温粘性に優れ、かつ高純度であることが要求されることから精製した高純度の結晶質石英粉が好ましい。前記結晶質石英粉としては例えば水晶、珪砂、珪石などを粉砕して得られた粉体を挙げることができるが、特に水晶粉がよい。前記石英粉はその粒度が50～300 μm の範囲のものがよい。粒度が50 μm 未満では石英粉の溶融が速くなり、気泡の含有を助長して好ましくなく、また粒度が300 μm を超えると均一なガラス化が困難となる。

10

【0008】

本発明においてカーボン製鋳型内に大小径のガラス管を配置し該ガラス管の間に石英粉を充填した概略図を図1に示す。また、そのA-A線水平断面図を図2に示す。図1、2において、1はカーボン製鋳型、2、4はガラス管、3は石英粉、5はカーボン支持棒、6はガラス底板である。本発明の製造方法では、図1の内面円筒状カーボン製鋳型1に該鋳型の径より僅かに小径の第一のガラス管2を配置し、さらにそれより小径の第二のガラス管4を同心円上に配置するととともに内側のガラス管4の中に全長に亘ってカーボン支持棒5を設置し、前記ガラス管2、4の間に石英粉3を充填したのち、カーボン鋳型全体を電気炉内(図示せず)に移送し、充填石英粉中の気体を真空で排気しながら加熱溶融するシリンダー状石英ガラスの製造方法である。前記製造方法で使用するガラス管及びガラス底板は、透明ガラスである必要がないが、好ましくは透明な石英ガラスであるのがよい。前記石英ガラスを使用することにより管又は該管と底板とが石英粉から形成された石英ガラスと一体となったシリンダー状石英ガラスが製造でき作業効率がよい。前記ガラス管及び底板の純度は原料の石英粉と同程度とし、かつ含有されるOH基濃度を30ppm以下とするのがよい。前記OH基濃度のガラス管及び底板を使用することにより真空下での加熱溶融中にガラス管中のOH基濃度が低下し、最後には石英粉から得られたシリンダー状石英ガラスとガラス管との境界が判別できない程度まで減少する。前記カーボン鋳型内の充填石英粉層はカーボン製鋳型とシリンダー状の下端部での接触か、または完全な遮断であるところから、カーボン製鋳型と石英粉との熱反応で発生するガスがほとんどなくなる上に、発生したガスが充填石英粉に移行するのが緻密なガラス層で阻止され、シリンダー状石英ガラス表面の荒れや汚染がなくなる。また、充填石英粉は内側のガラス管4の内側からもカーボン支持棒で加熱されるところから、充填石英の溶融に差がなく、しかも真空下で加熱するためガスの発生があっても容易に除去され気泡のない透明なシリンダー状石英ガラスが得られる。前記減圧の程度によっては気泡を含有することが起こる。そのため前記減圧をコントロールすることで気泡入りシリンダー状石英ガラスを製造することもできる。

20

30

【0009】

本発明の製造方法における石英粉の加熱溶融条件は、

室温から1600 まで 200～600 /時間

1600 ～石英粉の溶融温度まで 10～100 /時間

の昇温速度で、充填石英粉層の厚さ5cm当たり少なくとも30分の時間を要して加熱し、充填石英粉内の気体を排気しながら、好ましくは充填石英粉層の下部が上方より高く、より好ましくは下部が上方より30 高い温度に保持した状態で加熱溶融することからなる。前記加熱溶後少なくとも2時間、好ましくは3～5時間前記溶融温度に保持するとともに不活性ガスを導入し真空破壊し、0.5～3気圧の加圧下にするのがよい。前記溶融条件を採ることにより大型のシリンダー状石英ガラスであっても、その内部に気泡を含有することのない透明なシリンダ状石英ガラスが得られる。

40

50

【0010】

【発明の実施の態様】

次に具体例に基づいて本発明を詳細に説明するが、本発明はそれにより限定されるものではない。

【0011】

【実施例】

実施例1

内径155mm、長さ500mmの内面円筒状のカーボン製鋳型1に、外径154mm、肉厚2mm、長さ500mmの第一の透明ガラス管2(OH基濃度28ppm、総金属不純物<25ppm)及び外径60mm、肉厚2mm、長さ500mmの第二の透明石英ガラス管4を同心円状に配置し、かつ前記第二の透明石英ガラス管4内にその全長に亘ってカーボン支持棒5を配置したのち、第一の透明ガラス管2と第二の透明石英ガラス管4の間に結晶質石英粉3(総金属不純物<30ppm、粒度分布60~280 μ m、平均粒径180 μ m)を振動を与えながら充填し、高さ約470mmに詰めた。前記充填物の密度は約1.45g/cm³であった。

10

【0012】

上記カーボン製鋳型全体を真空炉内にセットし 1×10^{-4} mmHg以下の真空度まで排気した後、昇温を開始した。加熱源としてはカーボン鋳型の下端部近くに設置したカーボン抵抗ヒーターを使用し、ヒーター直上及び充填層上端部の温度を熱電対で測定し、両者の温度差が50~60となるように制御しながら加熱昇温した。前記昇温条件は以下のとおりである。

20

室温~1600	4時間(400 / 時間)
1600 ~ 1780	3時間(60 / 時間)
1780 保持	3時間

【0013】

上記加熱昇温において、1780に2時間保持したのち、窒素ガスで炉内の真空を破壊し、大気圧に戻し、熔融・徐冷終了まで大気圧下を維持した。前記熔融に至るまでの平均加熱時間は結晶石英粉の充填厚さ470mmに対し7時間であり、厚さ5cm当たり44分の加熱時間が維持された。冷却後取り出された透明石英ガラスには気泡がなく透明なシリンダー状の石英ガラスであった。前記シリンダー状石英ガラスをその表面から約1mm

30

【0014】

比較例1

実施例1と同様なカーボン筒を用い、結晶質石英粉を充填し、石英ガラス管の挿入なしで実施例1と同様な条件で熔融ガラス化した。投入石英粉の量は12kgでその充填密度は約1.45g/cm³であったが、得られた石英ガラスには直径0.5~1mm程度の気泡が残るとともに石英ガラス表面に荒れや汚染があった。また、カーボン製鋳型の損耗が著しいことが目視で観察された。

【0015】

【発明の効果】

本発明の製造方法では、カーボン鋳型に口径の異なるガラス管を配置し、該ガラス管の間に石英粉を充填し加熱熔融することで気泡がなく、外表面の荒れや外層部の汚染のない透明な任意の大きさのシリンダー状石英ガラスを生産性高く製造できる。得られたシリンダー状石英ガラスは、高純度で、高温粘性が高く半導体処理治具用素材として好適なものである。また、本発明の製造方法においてはカーボン製鋳型が石英粉と直接接触することがないのでカーボン製鋳型の損耗が少なくカーボン製鋳型を長く使用できる利点を有する。

40

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の製造方法におけるカーボン製鋳型にガラス管及びガラス底板を配置し、石英粉を充填したときの概略図を示す。

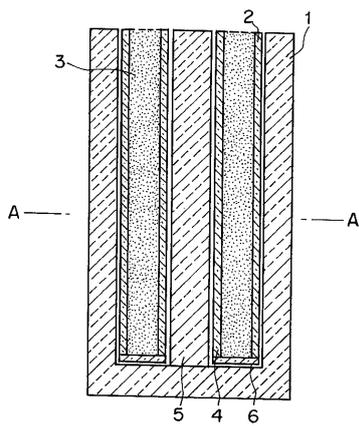
50

【図2】図2は、図1のA-A線水平断面図である。

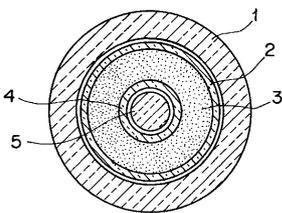
【符号の説明】

- 1 カーボン製鋳型
- 2、4 ガラス管
- 3 石英粉
- 5 カーボン支持棒
- 6 ガラス底板

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C03B 20/00

C03B 19/09