

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5975582号
(P5975582)

(45) 発行日 平成28年8月23日 (2016. 8. 23)

(24) 登録日 平成28年7月29日 (2016. 7. 29)

(51) Int. Cl.	F I
CO8G 59/30 (2006.01)	CO8G 59/30
GO2B 6/12 (2006.01)	GO2B 6/12 371
CO8L 63/00 (2006.01)	CO8L 63/00 Z

請求項の数 13 (全 26 頁)

(21) 出願番号	特願2014-512073 (P2014-512073)	(73) 特許権者	590001418
(86) (22) 出願日	平成24年5月23日 (2012. 5. 23)		ダウ コーニング コーポレーション
(65) 公表番号	特表2014-516101 (P2014-516101A)		DOW CORNING CORPORA TION
(43) 公表日	平成26年7月7日 (2014. 7. 7)		アメリカ合衆国 48686-0994
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/039112		ミシガン州 ミッドランド ウェスト サ ルツバーグ ロード 2200
(87) 国際公開番号	W02012/162376	(74) 代理人	100108453
(87) 国際公開日	平成24年11月29日 (2012. 11. 29)		弁理士 村山 靖彦
審査請求日	平成27年5月15日 (2015. 5. 15)	(74) 代理人	100110364
(31) 優先権主張番号	61/489, 899		弁理士 実広 信哉
(32) 優先日	平成23年5月25日 (2011. 5. 25)	(72) 発明者	デュアン レイモンド ブジャルスキ
(33) 優先権主張国	米国 (US)		アメリカ合衆国 ミシガン州 48611 オーバーン ウェスト グラント アベ ニュー 211

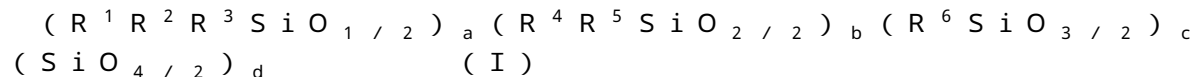
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エポキシ官能性シロキサンオリゴマーを含有するエポキシ官能性の放射線硬化性組成物

(57) 【特許請求の範囲】

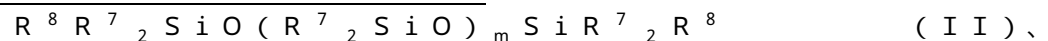
【請求項1】

(A) 平均単位式

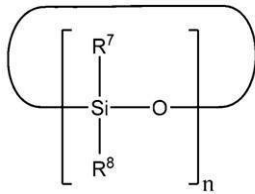


を有するエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 は独立して、 $C_1 \sim C_6$ の一価の脂肪族炭化水素基、 $C_6 \sim C_{10}$ の一価の芳香族炭化水素基及び一価のエポキシ置換有機基から選択される有機基であり、 $0 < a < 0.4$ 、 $0 < b < 0.5$ 、 $0 < c < 1$ 、 $0 < d < 0.4$ 、 $0.1 < b/c < 0.3$ 、 $a + b + c + d = 1$ であり、前記樹脂は、少なくとも2000の数平均分子量を有し、前記有機基の少なくとも15mol%は $C_6 \sim C_{10}$ の一価の芳香族炭化水素基であり、2~50mol%のシロキサン単位は、エポキシ置換有機基を有する)と、

(B) 1分子当たり平均で少なくとも2個のエポキシ置換有機基及び1500以下の分子量を有するエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーであって、前記エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーが、



【化 1】



(III)

及び $R^9 Si(O Si R^7_2 R^8)_3$ (IV)

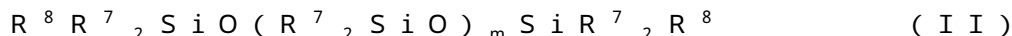
から選択される式を有し、式中、 R^7 は C_{1-8} のアルキルであり、 R^8 はエポキシ置換有機基であり、 R^9 は R^7 又は $-OSiR^7_2R^8$ であり、 m は 0 又は正の整数であり、 n は 3 ~ 10 である、エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーと、

10

- (C) カチオン光開始剤と、
(D) 任意選択で、有機溶媒と、
を含む、シリコーン組成物。

【請求項 2】

前記エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーが式



を有し、式中、 m は 0 であり、 R^8 は 3, 4 - エポキシシクロヘキシルエチルである、請求項 1 に記載のシリコーン組成物。

【請求項 3】

光増感剤を更に含む、請求項 1 または 2 に記載のシリコーン組成物。

20

【請求項 4】

硬化プロセスにかけた請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載のシリコーン組成物を含む、硬化シリコーン組成物。

【請求項 5】

前記硬化組成物が可撓性である、請求項 4 に記載の硬化シリコーン組成物。

【請求項 6】

前記硬化シリコーン組成物が光導波路の光伝送素子である、請求項 4 又は 5 に記載の硬化シリコーン組成物。

【請求項 7】

請求項 4 ~ 6 のいずれか一項に記載の硬化シリコーン組成物を含む、光導波路。

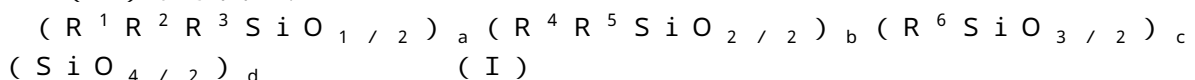
30

【請求項 8】

可撓性平面型光導波路組立体の作製方法であって、

(i) 第一シリコーン組成物を基材の表面に適用する工程であって、当該適用により、第一シリコーン膜を形成し、前記第一シリコーン組成物が、

(A) 平均単位式



を有するエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 は独立して、 C_{1-6} の一価の脂肪族炭化水素基、 C_{6-10} の一価の芳香族炭化水素基及び一価のエポキシ置換有機基から選択される有機基であり、 $0 < a < 0.4$ 、 $0 < b < 0.5$ 、 $0 < c < 1$ 、 $0 < d < 0.4$ 、 $0.1 < b/c < 0.3$ 、 $a + b + c + d = 1$ であり、前記樹脂は、少なくとも 2000 の数平均分子量を有し、前記有機基の少なくとも 15 mol % は C_{6-10} の一価の芳香族炭化水素基であり、2 ~ 50 mol % のシロキサン単位は、エポキシ置換有機基を有する)と、

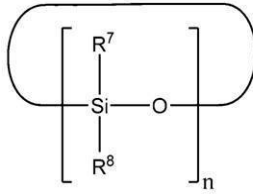
40

(B) 1 分子当たり平均で少なくとも 2 個のエポキシ置換有機基及び 1500 以下の分子量を有するエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーであって、前記エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーが、



50

【化2】



(III)

及び $R^9 Si(O Si R^7_2 R^8)_3$ (IV)

から選択される式を有し、式中、 R^7 は C_{1-8} のアルキルであり、 R^8 はエポキシ置換有機基であり、 R^9 は R^7 又は $-O Si R^7_2 R^8$ であり、 m は 0 又は正の整数であり、 n は 3 ~ 10 である、エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーと、

(C) カチオン光開始剤と、

(D) 任意選択で、有機溶媒と、を含む、工程と、

(ii) 前記第一シリコン膜の少なくとも1つの選択された領域を $150\text{ nm} \sim 800\text{ nm}$ の波長を有する放射線に露光する工程であって、当該露光により、少なくとも1つの露光領域と少なくとも1つの非露光領域とを有する部分露光膜を製造する、工程と、

(iii) 前記部分露光膜の非露光領域を現像溶媒で除去する工程であって、当該除去により、パターン付き膜を形成する、工程と、

(iv) 589 nm の波長を有する光に対して 2.3 にて $1.45 \sim 1.60$ の屈折率を有する少なくとも1つのシリコンコアを形成するのに十分な時間にわたって前記パターン付き膜を加熱する工程であって、前記基材が前記シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する、工程と、

(v) 任意選択で、前記基材及び前記シリコンコアを第二シリコン組成物で被覆する工程であって、当該被覆により、第二シリコン膜を形成する、工程と、

(vi) 任意選択で、前記第二シリコン膜を硬化する工程であって、当該硬化により、クラッド層を形成し、前記クラッド層が前記シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する、工程と、

を含む、方法。

【請求項9】

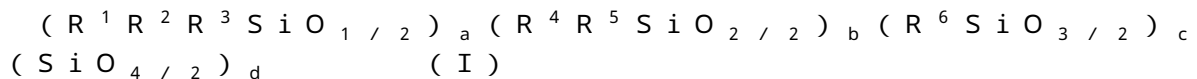
露光工程(ii)の後かつ除去工程(iii)の前に、

(ii-2) 前記露光領域が現像溶媒に実質的に不溶性であり、前記非露光領域が前記現像溶媒に可溶性であるように一定の時間にわたって前記部分露光膜を加熱する工程を更に含む、請求項8に記載の方法。

【請求項10】

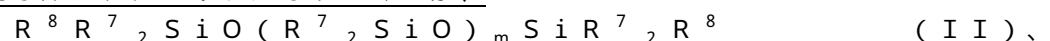
前記第二シリコン組成物が、

(A) 平均単位式



を有するエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 は独立して、 C_{1-6} の一価の脂肪族炭化水素基、 C_{6-10} の一価の芳香族炭化水素基及び一価のエポキシ置換有機基から選択される有機基であり、 $0 < a < 0.4$ 、 $0 < b < 0.5$ 、 $0 < c < 1$ 、 $0 < d < 0.4$ 、 $0.1 < b/c < 0.3$ 、 $a + b + c + d = 1$ であり、前記樹脂は、少なくとも 2000 の数平均分子量を有し、前記有機基の少なくとも $15\text{ mol}\%$ は $C_6 \sim C_{10}$ の一価の芳香族炭化水素基であり、 $2 \sim 50\text{ mol}\%$ のシロキサン単位は、エポキシ置換有機基を有する)と、

(B) 1分子当たり平均で少なくとも2個のエポキシ置換有機基及び 1500 以下の分子量を有するエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーであって、前記エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーが、



10

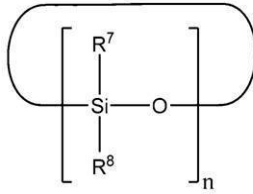
20

30

40

50

【化3】



(III)

及び $R^9 Si(O Si R^7_2 R^8)_3$ (IV)

から選択される式を有し、式中、 R^7 は C_{1-8} のアルキルであり、 R^8 はエポキシ置換有機基であり、 R^9 は R^7 又は $-O Si R^7_2 R^8$ であり、 m は 0 又は正の整数であり、 n は 3 ~ 10 である、エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーと、

(C) カチオン光開始剤と、

(D) 有機溶媒と、を含む、請求項 8 又は 9 に記載の方法。

【請求項 11】

可撓性平面型光導波路組立体の作製方法であって、

(i) 第一シリコン組成物を基材の表面に適用する工程であって、当該適用により、第一シリコン膜を形成する、工程と、

(ii) 前記第一シリコン膜を硬化する工程であって、当該硬化により、下方のクラッド層を形成する、工程と、

(iii) 第二シリコン組成物を前記下方のクラッド層に適用する工程であって、当該適用により、第二シリコン膜を形成する、工程と、

(iv) 前記第二シリコン膜の少なくとも 1 つの選択された領域を $150 \text{ nm} \sim 800 \text{ nm}$ の波長を有する放射線に露光する工程であって、当該露光により、少なくとも 1 つの露光領域と少なくとも 1 つの非露光領域とを有する部分露光膜を製造する、工程と、

(v) 前記部分露光膜の非露光領域を現像溶媒で除去する工程であって、当該除去により、パターン付き膜を形成する、工程と、

(vi) 589 nm の波長を有する光に対して 2.3 にて $1.45 \sim 1.60$ の屈折率を有する少なくとも 1 つのシリコンコアを形成するのに十分な一定時間にわたって前記パターン付き膜を加熱する工程であって、前記下方のクラッド層が前記シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する、工程と、

(vii) 任意選択で、前記下方のクラッド層と前記シリコンコアを第三シリコン組成物で被覆する工程であって、当該被覆により、第三シリコン膜を形成する、工程と、

(viii) 任意選択で、前記第三シリコン膜を硬化する工程であって、当該硬化により、上方のクラッド層を形成し、前記上方のクラッド層が前記シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する、工程と、を含む、

前記第一シリコン組成物及び前記第二シリコン組成物のうちの少なくとも 1 つが、並びに、任意選択で前記第三シリコン組成物が、

(A) 平均単位式

$(R^1 R^2 R^3 Si O_{1/2})_a (R^4 R^5 Si O_{2/2})_b (R^6 Si O_{3/2})_c (Si O_{4/2})_d$ (I)

を有するエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 は独立して、 C_{1-6} の一価の脂肪族炭化水素基、 C_{6-10} の一価の芳香族炭化水素基及び一価のエポキシ置換有機基から選択される有機基であり、 $0 < a < 0.4$ 、 $0 < b < 0.5$ 、 $0 < c < 1$ 、 $0 < d < 0.4$ 、 $0.1 < b/c < 0.3$ 、 $a + b + c + d = 1$ であり、前記樹脂は、少なくとも 2000 の数平均分子量を有し、前記有機基の少なくとも $15 \text{ mol} \%$ は C_{6-10} の一価の芳香族炭化水素基であり、 $2 \sim 5 \text{ mol} \%$ のシロキサン単位は、エポキシ置換有機基を有する)と、

(B) 1 分子当たり平均で少なくとも 2 個のエポキシ置換有機基及び 1500 以下の分子量を有するエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーであって、前記エポキシ官

10

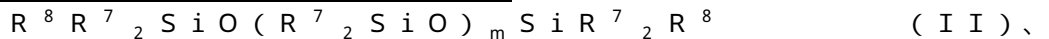
20

30

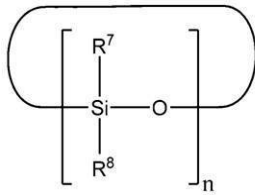
40

50

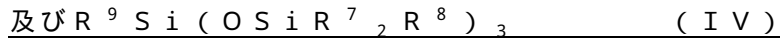
能性オルガノシロキサンオリゴマーが、



【化 4】



(I I I)



から選択される式を有し、式中、 R^7 は $C_{1 \sim 8}$ のアルキルであり、 R^8 はエポキシ置換有機基であり、 R^9 は R^7 又は $-OSiR^7_2 R^8$ であり、 m は 0 又は正の整数であり、 n は 3 ~ 10 である、エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーと、

(C) カチオン光開始剤と、

(D) 任意選択で、有機溶媒と、

を含む、方法。

【請求項 1 2】

露光工程 (i v) の後かつ除去工程 (v) の前に、

(i v - 2) 前記露光領域が現像溶媒に実質的に不溶性であり、前記非露光領域が前記現像溶媒に可溶性であるように一定の時間にわたって前記部分露光膜を加熱する工程を更に含む、請求項 1 1 に記載の方法。

【請求項 1 3】

前記任意選択の被覆工程及び硬化工程が行われる、請求項 8 ~ 1 2 のいずれか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

本出願は、米国特許出願第 6 1 / 4 8 9 , 8 9 9 号 (2 0 1 1 年 5 月 2 5 日出願、表題「EPOXY - FUNCTIONAL RADIATION - CURABLE COMPOSITION CONTAINING AN EPOXY - FUNCTIONAL SILOXANE OLIGOMER FOR ENHANCED FILM RETENTION AND ADHESION DURING SOLVENT DEVELOPMENT」) の優先権の利益を主張するものであり、この出願は参照によりその全体が本願に組み込まれるものとする。

【背景技術】

【0002】

多くの技術分野において光伝送の制御は重要である。光導波路は、信号の劣化を最小限にして様々な距離の光伝送の制御に有用な装置の一例である。石英及びガラスは、光通信に必要とされる信頼のおける光伝送材を制作するのに使用されている従来型材料である。しかしながら、これらの無機材料を用いての制作は不便で、多くの場合、効率の悪い高温プロセスを使用することを伴う。シリコン組成物は、光伝送材を製造するための代替品として有利であり得る。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

本発明は、シリコン組成物、及び、このシリコン組成物を用いて光導波路を作製する方法を提供する。本発明はまた、硬化シリコン組成物、及び、この硬化シリコン組成物を含む光導波路を提供する。

【課題を解決するための手段】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 4 】

様々な実施形態において、本発明のシリコン組成物は、硬化すると光導波路にシリコンコアを提供し、この光導波路は、可撓性の予想外の増加又は亀裂の予想外の減少を示す。いくつかの例では、硬化組成物の可撓性の増加又は亀裂の減少は、シリコン組成物に入れるオルガノシロキサンオリゴマーを増やすと生じ得る。例えば、様々な実施形態は、実質的に歪み又は亀裂を起こさないように十分な弾性及び硬さを有し得る。いくつかの例では、この硬化組成物は、導波路のクラッド又は基板層への接着を増加させた。本発明の組成物のいくつかの実施形態は、高い解像度を提供することができ、硬化したときのクリティカルディメンションの保持に優れ、これは有機溶媒での現像後に膜保持が優れていることにより証明される。対応して、本発明の方法のいくつかの例は、高さなどのクリティカルディメンションを良好に保持しながらフォトマスクから基材上のシリコン膜に画像及びパターンを転写することができ、例えば、導波路のより込み入ったディメンションをもたらすことができる。光導波路組立体のいくつかの例は、広範囲の温度にわたって熱安定性を呈することができ、並びに、良好な環境耐性を呈することができ、他の既知の材料を用いる導波路組立体に匹敵する又はそれよりも良好である。また、導波路組立体のいくつかの例は、通信波長帯において、複屈折が少なく、伝送損失が少なく、伝送に優れ、これらは、他の既知の材料を用いる導波路の対応する特徴に匹敵し得る又はそれよりも良好であり得る。それゆえに、いくつかの例では、優れた可撓性及び亀裂耐性は、伝送損失を犠牲にして得られるものではない。いくつかの実施形態では、屈折率の制御は、従来の組成物と比較して容易であり得、光伝送及び屈折率の変化は高温に曝したとしても非常に小さいものであり得る。いくつかの例では、本発明のシリコン組成物は、紫外線などの活性エネルギー線で照射すると素早く硬化することができ、薄膜形状であっても優れた形状保持特性を有することができ、その硬化生成物において気泡を全く含有しないことができる。その硬化生成物は加水分解耐性及び溶媒耐性を有する。いくつかの例では、本発明の硬化シリコン組成物から製造された光伝送素子は、薄膜形状であっても優れた形状保持特性を有する。

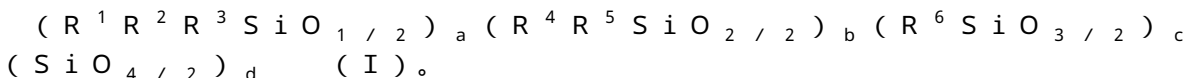
10

20

【 0 0 0 5 】

様々な実施形態で、本発明はシリコン組成物を提供する。このシリコン組成物は、(A) エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂を含む。このエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂は、以下の平均単位式を有する：

30



【 0 0 0 6 】

式(I)中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 は独立して、 $C_1 \sim C_6$ の一価の脂肪族炭化水素基、 $C_6 \sim C_{10}$ の一価の芳香族炭化水素基及び一価のエポキシ置換有機基から選択される有機基である。式(I)中、以下の条件が満たされる： $0 < a < 0.4$ 、 $0 < b < 0.5$ 、 $0 < c < 1$ 、 $0 < d < 0.4$ 、 $0.1 < b/c < 0.3$ 、及び $a + b + c + d = 1$ 。このエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂の数平均分子量は、少なくとも約2000である。この樹脂において、有機基の少なくとも約15mol%は、 $C_6 \sim C_{10}$ の一価の芳香族炭化水素基である。また、シロキサン単位の約2～約50mol%は、エポキシ置換有機基を有する。このシリコン組成物はまた、(B) エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーを含む。このエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーは、平均で1分子当たり少なくとも2個のエポキシ置換有機基を有する。加えて、このオリゴマーの分子量は、約1500以下である。このシリコン組成物はまた、(C) カチオン光開始剤を含む。加えて、このシリコン組成物は、(D) 任意選択の有機溶媒を含む。いくつかの実施形態では成分(D)は存在し、他の実施形態では成分(D)は存在しない。

40

【 0 0 0 7 】

様々な実施形態で、本発明は、可撓性平面型光導波路組立体の作製方法を提供する。この方法は、工程(i) 基材の表面へのシリコン組成物の適用を含む。基材の表面へのシ

50

リコーン組成物の適用は、第一シリコーン膜を形成する。シリコーン組成物は、本明細書に記載の本発明により提供されるシリコーン組成物を含む。この方法はまた、工程(i i)第一シリコーン膜の少なくとも1つの選択された領域の放射線への露光を含む。この放射線は、約150~約800nmの波長を有する。放射線に露光すると、少なくとも1つの露光領域と少なくとも1つの非露光領域を有する部分露光膜が生じる。この方法はまた、工程(i i i)部分露光膜の非露光領域の除去を含む。部分露光膜の非露光領域は、現像溶媒で除去される。部分露光膜の非露光領域を除去すると、パターン付き膜が生じる。この方法はまた、工程(i v)パターン付き膜の加熱を含む。このパターン付き膜は、約589nmの波長を有する光に対して約2.3にて約1.45~約1.60の屈折率を有する少なくとも1つのシリコーンコアを形成するのに十分な時間にわたって加熱される。基材は、シリコーンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する。この方法はまた、(v)任意選択で、基材及びシリコーンコアを第二シリコーン組成物で被覆する工程であって、当該被覆により、第二シリコーン膜を形成する、工程を含む。この方法はまた、(v i)任意選択で、第二シリコーン膜を硬化する工程であって、当該硬化により、クラッド層を形成する、工程を含み、クラッド層はシリコーンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する。

【0008】

様々な実施形態で、本発明は、可撓性平面型光導波路組立体の作製方法を提供する。この方法は、工程(i)基材の表面への第一シリコーン組成物の適用を含む。基材の表面への第一シリコーン組成物の適用は、第一シリコーン膜を形成する。この方法はまた、工程(i i)第一シリコーン膜の硬化を含む。第一シリコーン膜を硬化させると、下方のクラッド層が生じる。この方法はまた、工程(i i i)下方のクラッド層への第二シリコーン組成物の適用を含む。下方のクラッド層に第二シリコーン組成物を適用すると、第二シリコーン膜が生じる。この方法はまた、工程(i v)第二シリコーン膜の少なくとも1つの選択された領域の放射線への露光を含む。この放射線は、約150~約800nmの波長を有する。第二シリコーン膜の少なくとも1つの選択された領域を放射線に露光すると、少なくとも1つの露光領域と少なくとも1つの非露光領域を有する部分露光膜が生じる。この方法はまた、工程(v)現像溶媒での部分露光膜の非露光領域の除去を含む。部分露光膜の非露光領域を除去すると、パターン付き膜が生じる。この方法はまた、工程(v i)一定の時間にわたるパターン付き膜の加熱を含む。パターン付き膜が加熱される一定の時間は、約589nmの波長を有する光に対して約2.3にて約1.45~約1.60の屈折率を有する少なくとも1つのシリコーンコアを形成するのに十分である。下方のクラッド層は、シリコーンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する。この方法はまた、工程(v i i)任意選択で、下方のクラッド層とシリコーンコアを第三シリコーン組成物で被覆する工程であって、当該被覆により、第三シリコーン膜を形成することを含む。この方法はまた、工程(v i i i)任意選択で、第三シリコーン膜を硬化する工程であって、当該硬化により、上方のクラッド層を形成することを含み、上方のクラッド層はシリコーンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する。第一シリコーン組成物及び第二シリコーン組成物のうちの少なくとも1つは、本明細書に記載の本発明により提供されるシリコーン組成物を含む。任意選択の第三シリコーン組成物は任意選択で、本明細書に記載の本発明により提供されるシリコーン組成物を含む。

【図面の簡単な説明】

【0009】

図面は必ずしも縮尺通りに描かれているわけではなく、図中で類似の番号は、複数の図にわたって実質的に同様な要素を示す。異なる添字付きの類似の番号は、実質的に同様な要素の異なる例を示す。図面は、限定ではなく、例として、本文書において説明されている様々な実施形態の概略を描くものである。

【図1】本明細書に記載の方法により作製された本発明の光導波路組立体の一実施形態の断面図を示す。

【図2】本明細書に記載の方法により作製された本発明の光導波路組立体の一実施形態の断面図を示す。

10

20

30

40

50

【図3】本明細書に記載の方法により作製された本発明の光導波路組立体の一実施形態の断面図を示す。

【図4】本明細書に記載の方法により作製された本発明の光導波路組立体の一実施形態の断面図を示す。

【発明を実施するための形態】

【0010】

これより、開示される題目の特定の主張について詳細に参照を行う。その例は添付図面に示されている。開示される題目は、列挙される主張と共に説明されるが、それらは、これらの主張に対して開示される題目を制限するものではないことを理解されたい。逆に、開示される題目は、特許請求の範囲によって定義される通り、ここで開示される題目の範囲内に含まれ得る全ての代替物、修正、及び等価物を網羅することが意図される。

10

【0011】

「一実施形態」、「ある実施形態」、「例示的实施形態」等の本明細書における参照は、記載される実施形態が特定の特性、構造、又は特徴を含むことができるが、全ての実施形態が特定の特性、構造、又は特徴を必ずしも含まなくてもよいことを示す。加えて、そのような句は、必ずしも同じ実施形態を指すとは限らない。更に、特定の特性、構造、又は特徴がある実施形態に関して記載されるとき、明示的に記載されるか否かに関わらず、他の実施形態に関してそのような特性、構造、又は特徴に影響を及ぼすことは、当業者の知識に属するものと考えられる。

【0012】

範囲形式で表される値は、範囲の限界として明示的に記述される数値を含むだけでなく、それぞれの数値及びサブ範囲が明示的に記述されているかのように、その範囲内に包含される全ての個々の数値又はサブ範囲も含む柔軟な形で解釈されるべきである。例えば、「約0.1%～約5%」の濃度範囲は、約0.1重量%～約5重量%の明示的に記述される濃度だけでなく、示される範囲内の個々の濃度（例えば、1%、2%、3%、及び4%）及びサブ範囲（例えば、0.1%～0.5%、1.1%～2.2%、3.3%～4.4%）も含むものと解釈されるべきである。

20

【0013】

本明細書では、用語「a」、「an」、又は「the」は、内容が明確に記載されない限り、1つ又は2つ以上を含むために使用される。用語「又は(or)」は、特に記載のない限り、包括的な「or」を指すために使用される。本明細書で使用するとき、用語「約」は、値又は範囲の変動の程度、例えば、記載される値又は記載される範囲の限度の10%以内、5%以内又は1%以内を許容することができる。逐次的な値の範囲又はリストが与えられる場合、特に断らない限り、与えられた逐次的な値の間の範囲又は任意の値もまた開示されているものとする。本明細書で使用するとき、用語「実質的に」は、少なくとも約50%、60%、70%、80%、90%、95%、96%、97%、98%、99%、99.5%、99.9%、99.99%又は少なくとも約99.999%又はそれ以上といったような大半又はほとんどを指す。加えて、本明細書に採用され、特に定義されない表現又は用語は、単に説明の目的であり、制限するものではないことを理解されたい。セクションの見出しの任意の使用は、文書を読むのを補助することが意図され、制限するものと解釈されるべきではなく、セクションの見出しに関する情報は、その特定のセクション内又はそれ以外に存在する場合がある。更に、本文書で参照される全ての刊行物、特許、及び特許文書は、参照により個々に組み込まれるかのように、参照によりその全体が本明細書に組み込まれる。本文書と参照によりそのように組み込まれたそれらの文書との間で矛盾して使用される場合、組み込まれた参照における使用は、本文書の補足と見なされるべきであり、矛盾が解決されない場合、本文書の使用が優先する。

30

40

【0014】

本明細書に記載の製造方法において、複数の工程は、本発明の原理から逸脱しない限り任意の順番で実行することができるが、但し、時間又は操作順序が明記されている場合は除く。更に、特定の複数の工程は、これらが別々に実行されると主張に明記されていない

50

限り、同時に実行することができる。例えば、Xを行うという主張されている工程とYを行うという主張されている工程とは、単一の操作内で同時に行うことができ、結果のプロセスは、主張されているプロセスの記載されている通りの範囲内に入る。

【0015】

本明細書で使用するとき、用語「エポキシ官能性」又は「エポキシ置換」は、エポキシ置換基である酸素原子が炭素鎖又は環系の2個の隣接する炭素原子に直接結合される官能基を指す。エポキシ置換官能基の例としては、限定するものではないが、2,3-エポキシプロピル、3,4-エポキシブチル、4,5-エポキシペンチル、2-グリシドキシエチル、3-グリシドキシプロピル、4-グリシドキシブチル、2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチル、3-(3,4-エポキシシクロヘキシル)プロピル、2-(3,4-エポキシ-3-メチルシクロヘキシル)-2-メチルエチル、2-(2,3-エポキシシクロペンチル)エチル及び3-(2,3-エポキシシクロペンチル)プロピルが挙げられる。

10

【0016】

本明細書で使用するとき、用語「オリゴマー」は、中程度の相対分子質量を有する分子を指し、その構造は本質的に、小さな相対分子質量の分子から実際に又は概念的に誘導された小さな複数の単位を本質的に含む。中程度の相対質量を有する分子は、単位が1個又はほんの一部除去されても変動する特性を有する分子であり得る。多くの単位から1個を除去することで生じる特性の変動は、有意な変動でありえる。

20

【0017】

本明細書で使用するとき、用語「樹脂」とは、Si-O-Si結合を介して、3つ又は4つの他のシロキサンモノマーに結合される少なくとも1つのシロキサンモノマーを含むあらゆる粘度のポリシロキサン材料を指す。一例では、ポリシロキサン材料は、本明細書に定義されるT基又はQ基を含む。

【0018】

本明細書で使用するとき、用語「光導波路」は、光スペクトルの電磁波をガイドする物理構造を指す。

【0019】

本明細書で使用するとき、用語「放射線」は、媒体又は空間を移動するエネルギー粒子を指す。放射線の例は、可視光線、赤外光、マイクロ波、電波、低周波、超低周波、熱放射(熱)、及び黒体放射である。

30

【0020】

本明細書で使用するとき、用語「硬化」は、あらゆる形態の放射線への露光、加熱、又は固化をもたらす、若しくは粘度を増加させる物理又は化学反応を起こさせることを指す。

【0021】

本明細書で使用するとき、用語「膜」は、任意の形状のコーティングを指す。

【0022】

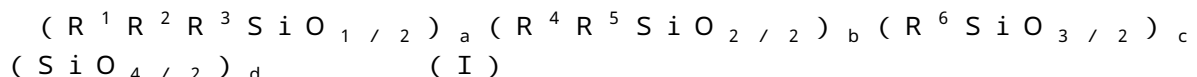
本明細書で使用するとき、用語「屈折率」は、物質中の光の速度の尺度を指し、真空中での光の速度を物質中の光の速度で除算したものに等しい。

40

【0023】

成分(A)エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂

成分(A)エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂は、本発明のシリコーン組成物の成分である。これは、本発明により提供される組成物の主成分であり得る。エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂は、以下の平均シロキサン単位式により表される：



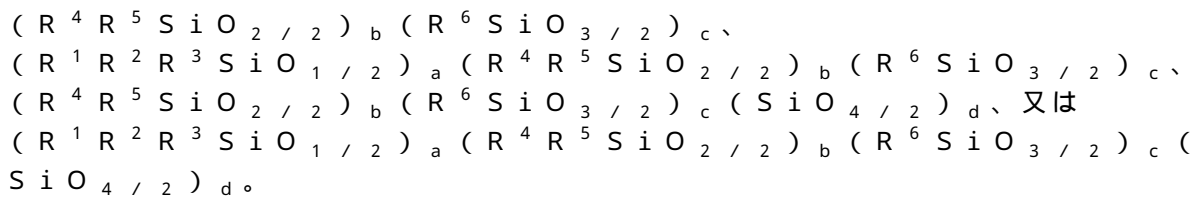
式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び R^6 は独立して、 C_{1-6} の一価の脂肪族炭化水素基、 C_{6-10} の一価の芳香族炭化水素基及び一価のエポキシ置換有機基から選択される有機基であり、 $0 < a < 0.4$ 、 $0 < b < 0.5$ 、 $0 < c < 1$ 、 $0 < d < 0.4$ 、

50

0.1 b/c 0.3、 $a + b + c + d = 1$ であり、この樹脂は、少なくとも約2000の数平均分子量を有し、有機基の少なくとも約15mol%は $C_6 \sim C_{10}$ の一価の芳香族炭化水素基であり、1分子当たり約2～約50mol%のシロキサン単位は、エポキシ置換有機基を有する。含有するエポキシ基により、この樹脂は、(C)カチオン光開始剤の存在下で、紫外線、電子ビーム又は電離放射線といった活性エネルギー線を照射されると素早く硬化することができる。任意選択で、光増感剤も組成物中に存在することができる。組成物が基材(例えば、シリコン基材)と接触していると、基材への紫外線、電子ビーム又は電離放射線といった活性エネルギー線の照射は、組成物の硬化を引き起こす。硬化組成物は、基材にしっかりと接着させることができる。

【0024】

平均シロキサン単位式(I)により表されるエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A)には、 $(R^4 R^5 SiO_{2/2})$ 単位と $(R^6 SiO_{3/2})$ 単位が存在し、一方、 $(R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2})$ と $(SiO_{4/2})$ 単位は任意選択の構成単位である。それゆえに、以下の単位を含むエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂が存在し得る：



【0025】

式Iのような平均単位式を記載するに当たり、添字a、b、c及びdは、mol分率である。添字aは $0 < a < 0.4$ であるが、それは $(R^1 R^2 R^3 SiO_{1/2})$ 単位が多過ぎる場合に $(SiO_{4/2})$ 単位が導入されるとエポキシ含有オルガノポリシロキサン樹脂(A)の分子量が低下し、エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A)の硬化生成物の硬さが著しく増加し、生成物が脆くなりやすくなり得るからである。この理由のため、添字dは、 $0 < d < 0.4$ 、 $0 < d < 0.2$ 、又は $d = 0$ である。加えて、 $(R^4 R^5 SiO_{2/2})$ 単位と $(R^6 SiO_{3/2})$ 単位のmol比 b/c は、約0.01以上かつ約0.3以下である。いくつかの例では、エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A)の製造において、この範囲から外れると、不溶性の副生成物を生じる、強靱性の低下により生成物が亀裂しやすくなる、又は、生成物の強度及び弾性が低くなり引っかき傷がつきやすくなるおそれがある。いくつかの例では、mol比 b/c の範囲は、約0.01以上かつ約0.25以下、又は、約0.02以上かつ約0.25以下である。エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A)は、 $(R^4 R^5 SiO_{2/2})$ 単位と $(R^6 SiO_{3/2})$ 単位を含有し、その分子構造は、ほとんどの場合、網状組織構造又は三次元構造であるが、それは b/c のmol比が約0.01以上かつ約0.3以下であるからである。

【0026】

成分(A)中のケイ素が結合した $C_{1 \sim 6}$ の一価の脂肪族炭化水素基は、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシル及びその他の一価の飽和脂肪族炭化水素基、ビニル、アリル、ヘキセニル及びその他の一価の不飽和脂肪族炭化水素基により例示される。加えて、ケイ素が結合した $C_{6 \sim 10}$ の一価の芳香族炭化水素基は、フェニル、トリル、キシリル及びナフチルにより例示される。

【0027】

光学的特徴である硬化組成物の屈折率は、一価の炭化水素基の種類を変更することにより制御することができる。メチル及びその他の一価の脂肪族炭化水素基が主要な置換基として使用されると屈折率は約1.5未満になりがちであり、一方、フェニル及びその他の一価の芳香族炭化水素基を主要な置換基として使用すると屈折率は約1.5以上になりがちである。いくつかの例では、一価の飽和脂肪族炭化水素基はメチル基であることができ、一価の芳香族炭化水素基はフェニル基であることができる。いくつかの例では、ビニル

10

20

30

40

50

基は、組成物が一価の不飽和脂肪族炭化水素基を含有する場合に、使用することができる。

【0028】

様々な例では、一価の芳香族炭化水素基は、成分(A)中の全有機基の約15mol%以上、約20mol%以上、又は約25mol%以上を構成する。一価の芳香族炭化水素基の量が少なすぎると、通信波長帯において本発明のシリコン組成物の硬化生成物の光伝送が低下するおそれがあり、また、この硬化組成物は強靱性低下の結果として亀裂しやすくなるおそれがある。

【0029】

成分(A)中、エポキシ官能性の一価の炭化水素基を有するシロキサン単位は、全シロキサン単位の約2mol%~約50mol%、約10mol%~約40mol%、又は約15mol%~約40mol%を構成する。このようなシロキサン単位が2mol%未満存在すると、硬化中の架橋密度は低くなるおそれがあり、これは、光伝送素子にとって十分な硬さを得るのを困難にし得る。一方、50mol%を超える量も不適であり得、それは、硬化生成物の光伝送及び熱耐性の低下を引き起こすおそれがあるからである。エポキシ官能性の一価の炭化水素基中、エポキシ基は、アルキレン基を介してケイ素原子に結合することができ、これにより、エポキシ基はケイ素原子に直接結合しない。エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A)は、例えば、日本国特許第6298940号に開示の方法といった周知の従来製造方法により、製造することができる。

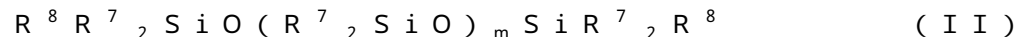
【0030】

エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A)の数平均分子量に関して特に制限はないが、硬化生成物の強靱性及び有機溶媒中でのその溶解度を考慮すると、いくつかの実施形態では、分子量は、約 10^3 以上かつ約 10^6 以下である。一実施形態では、樹脂(A)は、異なる量及び種類のエポキシ含有有機基及び一価の炭化水素基を有する又は異なる分子量を有する2種以上のこのようなエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂の組み合わせを含む。

【0031】

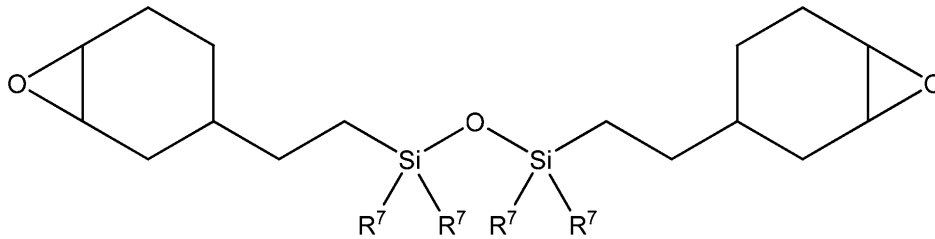
成分(B)エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマー

本発明の組成物は、成分(B)エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーを含む。様々なオルガノシロキサンオリゴマーが本発明の組成物及び方法において有用であることが見出された。一実施形態では、成分(B)は、1分子当たり平均で少なくとも2個のエポキシ置換有機基及び約1500以下の分子量を有するエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーである。このエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーは、以下の式を有し得る：



式中、 R^7 は C_{1-8} のアルキルであり、 R^8 はエポキシ置換有機基であり、 m は0又は正の整数である。いくつかの実施形態では、オルガノシロキサンオリゴマー中のエポキシ基は、シクロアルケンオキシド基、特にシクロヘキセンオキシド基であり、これは、この種の基を調製するために使用できる試薬が市販されて容易に入手可能であり、低価格であるからである。いくつかの実施形態では、オルガノシロキサンオリゴマーは、 $Si-O-Si$ 基に連結されたシクロヘキセンオキシド基を2個有する。このようなオリゴマーの例としては、 m が0であり、 R^8 が以下の式に対応する3,4-エポキシシクロヘキシルエチルである式(II)を有するものが挙げられる：

【化1】



【0032】

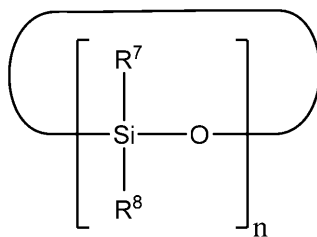
10

各R⁷基がメチル基である化合物はPolyset Corporation, Inc. から商品名PC-1000で入手可能であり、この具体的化合物の調製はとりわけ、米国特許第5,387,698号及び同第5,442,026号に記載されている。

【0033】

いくつかの例では、エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーは、以下の式を有し得る：

【化2】



20

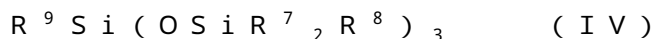
(III)

式中、R⁷はC₁₋₈のアルキルであり、R⁸はエポキシ置換有機基であり、R⁹はR⁷又は-O-Si(R⁷)₂R⁸であり、mは0又は正の整数であり、nは3~10である。別の実施形態では、各R⁷基は独立して、一価の置換又は非置換のC₁₋₁₂のアルキル、C₁₋₁₂のシクロアルキル、アラルキル又はアリール基であり、各R⁸基は独立して、R⁷、又は、2~10個の炭素原子を有する一価のエポキシ官能基であり、但し、少なくとも2個のR⁸基はエポキシ官能性であり、nは3~10である。これらの環式化合物の調製は、とりわけ米国特許第5,037,861号、同第5,260,399号、同第5,387,698号及び同第5,583,194号に記載されている。この種の化合物の一例は、1,3,5,7-テトラキス(2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチル)-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサンである。

30

【0034】

いくつかの例では、エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーは、以下の式を有し得る：



式中、R⁷はC₁₋₈のアルキルであり、R⁸はエポキシ置換有機基であり、R⁹はR⁷又は-O-Si(R⁷)₂R⁸であり、mは0又は正の整数であり、nは3~10である。一実施形態では、R⁹は、OSi(R⁷)₂R⁸基、あるいは、一価の置換又は非置換のC₁₋₁₂のアルキル、C₁₋₁₂のシクロアルキル、アラルキル又はアリール基であり、各R⁷基は独立して、一価の置換又は置換のC₁₋₁₂のアルキル、C₁₋₁₂のシクロアルキル、アラルキル又はアリール基であり、各R⁸基は独立して、2~10個の炭素原子を有する一価のエポキシ官能基であり、この種のオリゴマーは「星型」オリゴマーと呼ぶことができる。これらのオリゴマーの調製は、とりわけ米国特許第5,169,962号、同第5,260,399号、同第5,387,698号及び同第5,442,026号に記載されている。一例では、R⁹は、メチル基又はOSi(R⁷)₂R⁸基であり、各R⁷基はメチル基であり、各R⁸基は2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチル

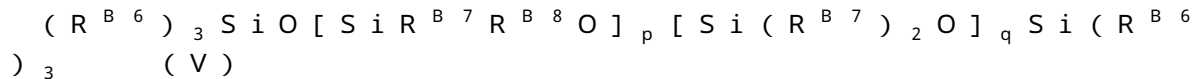
40

50

基である。

【0035】

いくつかの例では、エポキシ官能性オリゴマーは、以下の平均単位式を有する：



式中、各 R^{B6} 基は独立して、一価の置換又は非置換の C_{1-12} のアルキル、 C_{1-12} のシクロアルキル、又はフェニル基であり、各 R^{B7} 基は独立して、一価の置換又は非置換の C_{1-12} のアルキル、 C_{1-12} のシクロアルキル、アラルキル、又はアリール基であり、各 R^{B8} 基は独立して、2～10個の炭素原子を有する一価のエポキシ官能基であり、 p 及び q は整数である。これらのオリゴマーは、白金又はロジウム触媒を使用する適切なアルケンオキsidと対応するヒドロシランのヒドロシリル化を伴う米国特許第5,523,374号に記載のものと同様のプロセスにより調製することができる。この種の具体的なオリゴマーは、各 R^{B6} 及び R^{B7} 基がアルキル基であるものであり得る。一例では、 R^{B8} は2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチル基であり、 p 及び q はほぼ等しい。

10

【0036】

成分(C)カチオン光開始剤

カチオン光開始剤(C)は、エポキシ官能性オルガノポリシロキサンのための光開始剤として使用される。スルホニウム塩、ヨードニウム塩、セレノニウム塩、ホスホニウム塩、ジアゾニウム塩、パラトルエンスルホン酸塩、トリクロロメチル置換トリアジン及びトリクロロメチル置換ベンゼンといった、当業者に既知であるカチオン光開始剤を使用することができる。スルホニウム塩としては、式 $R^c_3 S^+ X^-$ により表される塩を上げることができる。式中、 R^c は、メチル、エチル、プロピル、ブチル及びその他の C_{1-6} のアルキル基、フェニル、ナフチル、ピフェニル、トリル、プロピルフェニル、デシルフェニル、ドデシルフェニル及びその他の C_{1-24} アリール基又は置換アリール基を表すことができ、式中の X^- は SbF_6^- 、 AsF_6^- 、 PF_6^- 、 BF_4^- 、 $B(C_6F_5)_4^-$ 、 HSO_4^- 、 ClO_4^- 、 $CF_3SO_3^-$ 及び他の非求核非塩基性アニオンを表すことができる。ヨードニウム塩の例としては式 $R^c_2 I^+ X^-$ により表される塩を挙げる事ができ、セレノニウム塩の例としては式 $R^c_3 Se^+ X^-$ により表される塩を挙げる事ができ、ホスホニウム塩の例としては式 $R^c_4 P^+ X^-$ により表される塩を挙げる事ができ、ジアゾニウム塩の例としては式 $R^c N_2^+ X^-$ により表される塩を挙げる事ができ、式中の R^c 及び X^- は本明細書で $R^c_3 S^+ X^-$ について説明したものと同じである。パラトルエンスルホン酸塩の例としては、式 $CH_3C_6H_4SO_3R^{c1}$ により表される化合物を挙げる事ができ、式中、 R^{c1} は、ベンゾイルフェニルメチル基、フタルイミド基及びこれらに類するものなどの電子吸引基を含む有機基を表す。トリクロロメチル置換トリアジンの例としては、 $[CCl_3]_2C_3N_3R^{c2}$ により表される化合物を挙げる事ができ、式中の R^{c2} は、フェニル、置換又は非置換のフェニルエチル、置換又は非置換のフラニルエチル及びその他の電子吸引基を表す。トリクロロメチル置換ベンゼンの例としては、 $CCl_3C_6H_3R^cR^{c3}$ により表される化合物を挙げる事ができ、式中の R^c は $R^c_3 S^+ X^-$ について説明したものと同じであり、 R^{c3} はハロゲン基、ハロゲン置換アルキル基及びその他のハロゲン含有基を表す。

20

30

40

【0037】

光開始剤の例としては、例えば、トリフェニルスルホニウムテトラフルオロボレート、ジ(p-tert-ブチルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロアンチモネート、ビス(ドデシルフェニル)ヨードニウムヘキサフルオロアンチモネート及びp-クロロフェニルジアゾニウムテトラフルオロボレートを挙げる事ができる。

【0038】

周知のカルボニル含有芳香族化合物が任意選択の光増感剤として使用できるが、光増感効果を生じる限り、これらの化合物に関して特に制限はない。光増感剤としては、例えば、イソプロピル-9H-チオキサテン-9-オン、アントロン、1-ヒドロキシシクロ

50

ヘキシル - フェニルケトン及び 2 - ヒドロキシ - 2 - メチル - 1 - フェニルプロパン - 1 - オンを挙げることができる。

【 0 0 3 9 】

成分 (D) 有機溶媒

有機溶媒 (D) は任意成分であるが、例えば、成分 (A) 又は成分 (B) が成形が行われる温度にて固体又は粘稠な液体形状である場合、あるいは、成分 (A) 又は成分 (B) が膜に成形される場合、有機溶媒 (D) を使用することができる。加えて、光開始剤 (B) が成分 (A) 又は成分 (B) に不溶性である場合、この溶媒を使用して成分 (A) 又は (B) を溶解させることができる。成分 (A)、成分 (B) 及び光開始剤 (C) を溶解できる溶媒を使用することができる。この溶媒は単独で又は 2 種以上の溶媒の混合物として使用することができる。沸点が約 8 0 ~ 約 2 0 0 である溶媒を使用することができる。溶媒の例としては、イソプロピルアルコール、三級ブチルアルコール、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、アセチルアセトン、アニソール、トルエン、キシレン、メシチレン、クロロベンゼン、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、エトキシ - 2 - プロパノールアセテート、メトキシ - 2 - プロパノールアセテート、オクタメチルシクロテトラシロキサン及びヘキサメチルジシロキサン、又はこれらの任意の組み合わせを挙げることができる。

10

【 0 0 4 0 】

組成物、及び、光伝送素子のためのその使用

20

本発明は、成分 (A) エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂と、成分 (B) エポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーと、成分 (C) カチオン光開始剤と、成分 (D) 有機溶媒と、を含むシリコン組成物を提供する。概して、本明細書の化学式の説明は、硬化していない組成物を表す。しかしながら、本発明はまた、本発明の硬化していないシリコン組成物を硬化させることから生じる硬化シリコン組成物も提供する。当業者であれば容易に理解されるように、例えば、架橋といった硬化中に生じる化学反応により、本発明の硬化組成物の分子は、本発明の硬化していない組成物の分子とは異なる分子式を有し得る。加えて、例えば、紫外線処理に対する加熱といった異なる種類の硬化は、分子式に様々な変化を生じ得る。本発明の硬化していない組成物を硬化させることから生じる硬化生成物は、本発明の実施形態に包含される。

30

【 0 0 4 1 】

本発明のシリコン組成物は、(A) 約 1 0 0 重量部の上述のエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 約 0 . 0 1 ~ 約 1 0 0 重量部のエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーと、(C) 約 0 . 0 5 ~ 約 2 0 重量部の光開始剤と、(D) 約 0 ~ 約 5 , 0 0 0 重量部の有機溶媒と、を含むことができる。成分 (A) が液体である場合、又は、成分 (A) と成分 (B) 及び成分 (C) との混和性が良好である場合、任意選択で、成分 (D) を加える。成分 (C) の量が約 0 . 0 5 重量部未満である場合、硬化は不十分であり得る。また、約 2 0 重量部を超える量は不適であり得るが、これは、残留触媒の存在により光学特性が劣化するからである。加えて、5 0 0 0 重量部を超える量で成分 (D) を加えることも不適であり得るが、これは、以下で更に説明するように、光伝送素子の製造中に高品質の薄膜を得るのが困難になり得るからである。加える成分 (D) の量はその種類、並びに、成分 (C)、成分 (B) 及び成分 (A) の溶解度及び稠度によって変わり得るが、いくつかの例では、成分 (D) の量は、約 1 ~ 約 1 0 0 0 重量部、又は約 1 ~ 約 5 0 0 重量部であり得る。任意選択の光増感剤の量は、約 0 . 0 5 ~ 約 2 0 重量部であり得る。いくつかの例では、任意選択の光増感剤の量が 0 . 0 1 重量部未満である場合、硬化は不十分であるおそれがあり、接着は劣ってしまうおそれがある。一方、いくつかの例では、2 0 重量部を超える量は不適であり得るが、これは、残留触媒の存在により光学特性が劣化するからである。様々な実施形態では、シリコン組成物の合計重量部は、最小で成分 (A)、(B)、(C) 及び (D) 約 1 0 0 . 0 6 重量部を含むことができ、この内訳は成分 (A) 約 1 0 0 重量部と成分 (B) 約 0 . 0 1 重量部と成分 (C) 約 0 . 0

40

50

5重量部と成分(D)約0重量部である。シリコン組成物の合計重量部は、最大で成分(A)、(B)、(C)及び(D)約5220重量部を含むことができ、この内訳は成分(A)約100重量部と成分(B)約100重量部と成分(C)約20重量部と成分(D)約5000重量部である。

【0042】

いくつかの実施形態では、シリコン組成物は、(A)約100重量部の上述のエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂と、(B)約5~40重量部、又は約1~約80重量部、又は約0.01~約100重量部のエポキシ官能性オルガノシロキサンオリゴマーと、(C)約5~約6重量部、又は約3~約8重量部、又は約1~約12重量部、又は約0.05~約20重量部の光開始剤と、(D)約140~約160重量部、又は約100~約250重量部、又は約50~約1000重量部、又は約0~約5,000重量部の有機溶媒と、を含むことができる。

10

【0043】

本発明のシリコン組成物を使用して硬化膜又は光伝送素子の製造に使用する場合、この組成物は室温にて液体であり得、いくつかの例では25にて約20~約10,000 mPa·sの粘度を有し得る。いくつかの例では、この範囲から外れると、加工性の低下が生じ得、高い光学品質を有する薄膜を得るのが更に困難になり得る。

【0044】

本発明のシリコン組成物はまた追加成分を含むことができるが、但し、その追加成分は本明細書に記載の方法において組成物の光パターニング又は硬化に悪影響を及ぼさないものとする。追加成分の例としては、限定するものではないが、接着促進剤、溶媒、無機充填剤、光増感剤及び界面活性剤が挙げられる。

20

【0045】

いくつかの実施形態では、本発明の硬化シリコン組成物の屈折率は、エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A)中の例えば、一価の脂肪族炭化水素基(例えば、メチル基)と一価の芳香族炭化水素基(例えば、フェニル基)といったケイ素結合基のmol比を変えることにより、精確に調整することができる一価の芳香族炭化水素基の比率を増加させると屈折率は高くなり得、一価の脂肪族炭化水素基の数が増えると屈折率は低くなり得る。光導波路が本発明のシリコン組成物から製作される場合、コアに使用される硬化オルガノポリシロキサン樹脂の屈折率は、クラッドに使用される硬化オルガノポリシロキサン樹脂の屈折率よりも高くなり得、それゆえに、コアに使用されるオルガノポリシロキサン樹脂組成物中の一価の芳香族炭化水素基の量は、クラッドに使用されるオルガノポリシロキサン樹脂組成物中の一価の芳香族炭化水素基の量よりも多くされ得る。一価の脂肪族炭化水素基と一価の芳香族炭化水素基のmol比が異なるオルガノポリシロキサン樹脂を2種類、コア用及びクラッド用に別個に使用してもよく、又は、この2種のオルガノポリシロキサン樹脂を異なる比率で混合してもよい。例えば、いくつかの実施形態では、成分(B)は、コア、クラッド又は光導波路の任意の他の部分において、異なる比率で使用することができる。

30

【0046】

いくつかの例では、本発明の光伝送素子は、受動素子及び能動素子のどちらにも使用することができる。受動伝送素子の例としては、非分岐型光導波路、分岐型光導波路、合波/分波器、光学的接着剤及びこれらに類するものを挙げるることができる。能動伝送素子の例としては、導波路型光スイッチ、導波路型光変調器、光減衰器、光増幅器及びこれらに類するものを挙げるることができる。

40

【0047】

導波路組立体の作製方法

本発明は、光導波路組立体のような光伝送素子の作製方法を提供する。本発明はまた、本発明の硬化組成物を含む光導波路組立体を提供する。

【0048】

一実施形態では、指定波長帯における伝送に優れた光伝送素子は、1)シリコン組成

50

物を基材に適用する工程と、2)シリコン組成物に紫外線などの活性エネルギー線を照射し、任意選択で又は必要に応じて加熱にかける工程と、により、製造することができる。加えて、光導波路のような光伝送素子は、工程1)と2)を繰り返すことにより、製造することができる。

【0049】

本発明による光導波路組立体の作製方法の例示的实施形態は、以下のものを含み得る。まず、クラッドに使用されるシリコン組成物は基材上にスピニングすることができ、このコーティングに活性エネルギー線を照射することにより硬化させ、これにより、底部クラッド層を形成する。次に、コアに使用されるシリコン組成物は底部クラッド層上にスピニングすることができ、得られたコーティングは活性エネルギー線を照射することにより硬化させてコア層を形成することができ、このコア層は成形の際に必要なに応じて、クラッド層よりも高い屈折率を有するコア層として使用することができる。このコア層に所望の形状を付与するために、例えば、パターン付与するために、このコア層に、形状の概形を有するフォトマスクを通して活性エネルギー線を照射することができ、必要であれば、ここに記載の加熱をかけることができ、その際に非露光部分は有機溶媒を用いて溶解させて除去することができる。有機溶媒(D)は、この目的のために使用される有機溶媒として使用することができる。クラッド層とコア層と別のクラッド層を含む光導波路は、クラッドに使用されるシリコン組成物がコア層の上に、すなわち、パターン付きコア層及び底部クラッド層の上に適用されると、得ることができる。上部クラッド層は、活性エネルギー線の照射による硬化により形成することができる。上述の製造方法において、コアに使用される硬化シリコン組成物は、クラッドに使用される硬化シリコン組成物よりも高い屈折率を有する。シリコン組成物の適用の際に、スピニングの代わりに溶媒注型成形技術を使用することができる。

【0050】

一実施形態では、得られたコーティングのうちの1つ以上は剥がされて、膜型光導波路を形成することができる。一例では、1つ以上のコーティングが基材から剥がされる。一例では、下方のクラッド層を基材から剥がすことができる。分離されたクラッド層の上に新しいコア層を形成し、続いて、上方のクラッド層でコーティングすることができ、これにより、別の膜型光導波路を形成することができる。コアを目的としたシリコン組成物の硬化構造体は、クラッド用シリコン組成物から製造された硬化構造体よりも高い屈折率を有するべきである。組成物を適用するのに、スピニングの代わりに溶媒注型方法を使用することができる。

【0051】

本発明の一実施形態では、可撓性平面型光導波路組立体を作製する第一の方法は、(i)シリコン組成物を基材の表面に適用する工程であって、当該適用により、第一シリコン膜を形成する、工程(シリコン組成物は本発明のシリコン組成物の一実施形態を含む)と、(ii)約150~約800nmの波長を有する放射線に第一シリコン膜の少なくとも1つの選択された領域を露光する工程であって、当該露光により、少なくとも1つの露光領域と少なくとも1つの非露光領域とを有する部分露光膜を製造する、工程と、(iii)部分露光膜の非露光領域を現像溶媒で除去する工程であって、当該除去により、パターン付き膜を形成する、工程と、(iv)パターン付き膜を、約589nmの波長を有する光に対して約2.3にて約1.45~約1.60の屈折率を有する少なくとも1つのシリコンコアを形成するのに十分な時間にわたって加熱する工程と、を含み、基材は、シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する。

【0052】

一実施形態では、基材は、剛性又は可撓性材料である。基材の例としては、限定するものではないが、半導体材料(例えば、ケイ素、二酸化ケイ素の表面層を有するケイ素、及びヒ化ガリウム)、石英、石英ガラス、酸化アルミニウム、ポリオレフィン(例えば、ポリエチレン及びポリプロピレン)、フッ化炭素ポリマー(例えば、ポリテトラフルオロエチレン及びポリフッ化ビニル)、ポリスチレン、ポリアミド(例えば、ナイロン)、ポリ

イミド、ポリエステル及びアクリルポリマー（例えば、ポリ（メチルメタクリレート））、エポキシ樹脂、ポリカーボネート、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、セラミックス及びガラスが挙げられる。

【0053】

本発明の方法では、例えば、シリコーン組成物又は硬化性ポリマー組成物の1つ以上は、スピコーティング、浸漬、噴霧、ブラッシング又はスクリーン印刷といった任意の従来方法を用いて、基材又は別の硬化層に適用することができるシリコーン組成物又は硬化性ポリマー組成物の1つ以上は、200rpm～5000rpmの速度で5秒～60秒間スピコーティングすることにより、適用することができる。シリコーン組成物又は硬化性ポリマー組成物のスピニング速度、スピニング時間及び粘度は、第一シリコーン膜が所望の厚さを有するように調整することができる。硬化性ポリマー組成物が溶媒を含む場合、この方法は、膜から溶媒の少なくとも一部を除去する工程と更に含むことができる。溶媒は、約50～約150の温度にて約1分～約5分間、又は、約80～約120

の温度にて約2分～約4分間第一ポリマー膜を加熱することにより、除去することができる。硬化性組成物は、具体的な組成物の硬化メカニズムに依存して、常温又は高温への曝露、照射、及び水分への曝露といった様々な手段により、硬化させることができる。

【0054】

組成物の硬化メカニズムは、制限されない。組成物は、例えば、縮合又は付加反応により硬化させることができる。硬化性ポリマー組成物の例としては、限定するものではないが、硬化性シリコーン組成物（例えば、ヒドロシリル硬化性シリコーン組成物、縮合硬化性シリコーン組成物、及びペルオキシド硬化性シリコーン組成物）、硬化性ポリオレフィン組成物（例えば、ポリエチレン及びポリプロピレン組成物）、硬化性ポリアミド組成物、硬化性エポキシ樹脂組成物、硬化性アミノ樹脂組成物、硬化性ポリウレタン組成物、硬化性ポリイミド組成物、硬化性ポリエステル組成物、及び硬化性アクリル樹脂組成物が挙げられる。

【0055】

第一シリコーン膜の1つ以上の選択された領域を約150nm～約800nm、又は約250nm～約450nmの波長を有する放射線に露光する工程であって、当該露光により、少なくとも1つの露光領域と少なくとも1つの非露光領域とを有する部分露光膜を製造することができる。このような場合に使用される放射線の例としては、紫外線、電子ビーム及び電離放射線を挙げることができる。紫外線は、安全及び設備費の面から有利であり得る。光源は例えば、高圧水銀ランプ、中圧水銀ランプ、Xe-Hgランプ及び深紫外ランプであり得る。放射線量は、約0.1mJ/cm²～約10,000mJ/cm²、又は約100mJ/cm²～約8000mJ/cm²、又は約250mJ/cm²～約1,300mJ/cm²であり得る。第一シリコーン膜の選択された領域は、画像パターンを有するフォトマスクを通して放射線に露光することができる。使用されるシリコーン組成物の種類に応じて、場合により、活性エネルギー線だけを用いて硬化を達成することは困難又は不可能であり得る。このような場合、活性エネルギー線を照射後、膜を加熱することにより、硬化を仕上げるることができる。いくつかの例では、このような加熱のための温度範囲は、約50～約200であり得る。

【0056】

部分露光第一膜の非露光領域は、現像溶媒で除去する工程であって、当該除去により、パターン付き膜を形成することができる。現像溶媒は、部分露光膜の非露光領域が少なくとも部分的に可溶性であり、露光領域が実質的に不溶性である有機溶媒を含み得る。シリコーンコアを形成するために使用される具体的なシリコーン組成物に応じて、露光領域は、現像溶媒に実質的に容易には溶解しないでいられる、又は、下記の追加の加熱工程にかけて現像溶媒に実質的に不溶性にすることができる。現像溶媒は、分子あたり3～20個の炭素原子を有し得る。現像溶媒の例としては、ケトン（例えば、メチルイソブチルケトン及びメチルペンチルケトン）、エーテル（例えば、n-ブチルエーテル及びポリエチレングリコールモノメチルエーテル）、エステル（例えば、酢酸エチル及び - ブチロラク

10

20

30

40

50

トン)、脂肪族炭化水素(ノナン、デカリン及びドデカン)、及び芳香族炭化水素(例えば、メシチレン、キシレン及びトルエン)が挙げられる。現像溶媒は、噴霧、浸漬及びプーリング(pooling)といった任意の従来方法により、適用することができる。例えば、現像溶媒は、静置された基材上に溶媒のプールを形成し、その後、基材をスピン乾燥することにより、適用することができる。現像溶媒は、室温~100の温度で使用することができる。具体的な使用温度は、例えば、溶媒の化学的特性、溶媒の沸点、所望されるパターン形成速度、及び光パターンニングプロセスの必要解像度に応じて変わる。

【0057】

次に、パターン付き膜は、約589nmの波長を有する光に対して約23にて約1.45~約1.60、又は約1.30~約1.70、又は約1.45~約1.55の屈折率を有する少なくとも1つのシリコンコアを形成するのに十分な時間にわたって加熱される。但し、少なくとも1つのシリコンコアは、基材の屈折率よりも高い屈折率を有するものとする。パターン付き膜は、酸化又は分解することなくシリコンにおいて最大架橋密度を達成するのに十分な時間にわたって加熱され得る。パターン付き膜は、約50~約300の温度にて約1分~約300分間、又は約75~約275の温度にて約10分~約120分間、又は約200~約250の温度にて約20分~約60分間加熱され得る。パターン付き膜は、ホットプレート又はオープンのような従来の設備を用いて加熱され得る。様々な例において、シリコンコアの厚さ(高さ)は、約1 μ m~約100 μ m、又は約5 μ m~約50 μ m、又は約8 μ m~約20 μ mであり得る。

【0058】

本発明の方法により作製される光導波路組立体の一実施形態を図1に示す。光導波路組立体は、基材10と、上記シリコン組成物を含み、基材10の一部を被覆するシリコンコア20と、を含む。シリコンコア20は、589nmの波長を有する光に対して23にて約1.45~約1.60の屈折率を有し、シリコンコア20は基材10の屈折率よりも高い屈折率を有する。

【0059】

光導波路組立体の作製方法は任意選択で、基材及びシリコンコアを第二シリコン組成物で被覆する工程であって、当該被覆により、第二膜を形成する、工程と、第二膜を硬化する工程であって、当該硬化により、クラッド層を形成する、工程と、を更に含むことができ、クラッド層はシリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有する。第二組成物は、第二硬化性ポリマー組成物であり得る。いくつかの実施形態では、第二組成物は、第二シリコン組成物であり得る。いくつかの実施形態では、第二組成物は、本発明のシリコン組成物の一実施形態であり得る。いくつかの実施形態ではこれらの任意選択工程は実施され、他の実施形態ではこれらの任意選択工程は実施されない。

【0060】

第二組成物は、例えば、工程(iv)において硬化して、シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有するクラッド層を形成する任意のシリコン組成物であり得る。第二組成物の硬化メカニズムは、制限されない。第二組成物は、例えば、縮合又は付加反応により硬化することができる。第二組成物の例としては、限定するものではないが、硬化性シリコン組成物(例えば、ヒドロシリル硬化性シリコン組成物、縮合硬化性シリコン組成物、及びペルオキシド硬化性シリコン組成物)、硬化性ポリオレフィン組成物(例えば、ポリエチレン及びポリプロピレン組成物)、硬化性ポリアミド組成物、硬化性エポキシ樹脂組成物、硬化性アミノ樹脂組成物、硬化性ポリウレタン組成物、硬化性ポリイミド組成物、硬化性ポリエステル組成物、及び硬化性アクリル樹脂組成物が挙げられる。

【0061】

一実施形態では、第二組成物は、上述の工程(i)のシリコン組成物であり得る。このような実施形態では、R¹、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶、a、b、c及びdのうちの少なくとも1つは、工程(i)において硬化してシリコンコアを形成するオルガノポリシロキサン樹脂の化学構造が、硬化してクラッド層を形成する第二シリコン組成物の化学構造とは異なるように、選択され得る。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 2 】

クラッド層は、シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有し得る。シリコンコアとクラッド層の間の屈折率差の規模は、コアの厚さ、伝搬光の波長及び波動伝搬（すなわち、シングルモード又はマルチモード）といったいくつかの因子に依存する。シリコンコアとクラッド層の間の屈折率差は、約 0.0005 ~ 約 0.5、又は約 0.001 ~ 約 0.05、又は約 0.005 ~ 約 0.02 であり得る。例えば、厚さが 12 μm で 1.5 の屈折率を有するシリコンコアを含有する導波路（この導波路は、590 nm の波長にて最初の 4 つの伝搬モードをサポートできる）は、シリコンコアと基材の屈折率差が約 0.01 であり得る。厚さが 7 μm で 1.5 の屈折率を有するシリコンコアを含有する導波路（この導波路は、590 nm の波長にてシングルモード伝搬のみをサポートできる）は、シリコンコアとクラッド層の屈折率差が約 0.05 であり得る。様々な例において、クラッド層の厚さは、5 μm ~ 200 μm 、又は 15 μm ~ 50 μm 、又は 20 μm ~ 35 μm であり得る。

10

【 0 0 6 3 】

第二組成物を成形及び硬化する工程であって、当該硬化により、クラッド層を形成する、工程を含む第一の方法により作製される光導波路組立体の一実施形態を図 2 に示す。この光導波路組立体は、基材 10 と、上述のシリコン組成物を含み、基材 10 の一部を被覆するシリコンコア 20 と、シリコンコア 20 及びシリコンコア 20 により被覆されていない基材 10 の一部を被覆するクラッド層 30 と、を含む。シリコンコア 20 は、589 nm の波長を有する光に対して 2.3 にて約 1.45 ~ 約 1.60 の屈折率を有し、クラッド層 30 はシリコンコア 20 の屈折率よりも低い屈折率を有する。

20

【 0 0 6 4 】

更なる実施形態では、上方のクラッド層を有する又は有さない平面型光導波路組立体の作製方法は、工程 (i i) と工程 (i i i) の間に追加工程を含み得る。追加工程において、工程 (i i) で製造された部分露光膜を加熱する。この加熱は、放射線に露光された領域（「露光領域」）を工程 (i i i) において使用されることになる現像溶媒に実質的に不溶性にするのに十分な時間にわたって行われる。しかし、追加の加熱工程後でも、部分露光膜の、工程 (i i) で放射線に露光されていない領域（「非露光領域」）は、工程 (i i i) で使用されることになる現像溶媒に可溶性であり得る。用語「実質的に不溶性」は、シリコン膜の露光領域が現像溶媒に溶解させても基材の下面を露出する程までは除去されないことを指す。用語「可溶性」は、シリコン膜の非露光領域が、現像溶媒に溶解することにより除去され、基材の下面を露出することを指す。部分露光膜は、約 50 ~ 約 250 の温度にて約 0.1 分 ~ 約 10 分間、又は約 100 ~ 約 200 の温度にて約 1 分 ~ 約 5 分間、又は約 135 ~ 約 165 の温度にて約 2 分 ~ 約 4 分間加熱され得る。この部分露光膜は、ホットプレート又はオープンといった従来の設備を用いて加熱され得る。例示的实施形態では、図 1 及び 2 に示されている実施形態のもののような光導波路は、追加の加熱工程を含む方法により作製することができる。

30

【 0 0 6 5 】

可撓性平面型光導波路組立体を作製する第二の方法は、(i) 第一組成物を基材の表面に適用する工程であって、当該適用により、第一膜を形成する、工程と、(i i) 第一シリコン膜を硬化する工程であって、当該硬化により、下方のクラッド層を形成する、工程と、(i i i) 第二シリコン組成物を下方のクラッド層に適用する工程であって、当該適用により、第二の膜を形成する、工程と、(i v) 約 150 ~ 約 800 nm の波長を有する放射線に第二膜の少なくとも 1 つの選択された領域を露光する工程であって、当該露光により、少なくとも 1 つの露光領域と少なくとも 1 つの非露光領域とを有する部分露光膜を製造する、工程と、(v) 部分露光膜の非露光領域を現像溶媒で除去する工程であって、当該除去により、パターン付き膜を形成する、工程と、(v i) パターン付き膜を約 589 nm の波長を有する光に対して約 2.3 にて約 1.45 ~ 約 1.60 の屈折率を有する少なくとも 1 つのコアを形成するのに十分な時間にわたって加熱する工程と、を含み、下方のクラッド層は、シリコンコアの屈折率よりも低い屈折率を有し、第一シリコ

40

50

ーン組成物及び第二シリコーン組成物のうちの少なくとも1つは、第一の方法の工程(i)に記載の本発明の組成物を含む。

【0066】

第一組成物は、第一硬化性ポリマー組成物であり得る。第二組成物は、第二硬化性ポリマー組成物であり得る。可撓性平面型光導波路組立体を作製するための別の方法では、第一組成物は第一シリコーン組成物であり、これに対応して第一膜は第一シリコーン膜である。別の実施形態では、第二組成物は第二シリコーン組成物であり、これに対応して第二膜は第二シリコーン膜であり、これに対応してコアはシリコーンコアである。

【0067】

第一及び第二組成物は互いに独立して、工程(ii)において硬化して下方のクラッド層を形成する又は工程(vi)において硬化してコアを形成するポリマー組成物であり得る。但し、下方のクラッド層はポリマーコアの屈折率よりも低い屈折率を有するものとする。

10

【0068】

第一及び第二組成物がどちらも本発明のシリコーン組成物を含む実施形態では、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、a、b、c及びdのうちの少なくとも1つは、工程(ii)において硬化して下方のクラッド層を形成するオルガノポリシロキサンの化学構造が工程(iv)において硬化してコアを形成するオルガノポリシロキサンの化学構造とは異なるように、選択され得る。

【0069】

第一膜は、工程(ii)において硬化して、下方のクラッド層を形成する。第一ポリマー膜は、硬化性ポリマー組成物の硬化メカニズムに依存して、常温又は高温への曝露、照射、及び水分への曝露といった様々な手段により、硬化させることができる。様々な例において、下方のクラッド層は、第一の方法によって製造される導波路組立体のクラッド層について説明した厚さを有し得る。第二組成物は、第一の方法によって製造される導波路組立体について説明した方法を用いて、工程(iii)において下方のクラッド層に適用され得、第一の方法によって製造される導波路組立体について説明した硬化ディメンションを生じる。

20

【0070】

コアは、下方のクラッド層の屈折率よりも高い屈折率を有し得る。ポリマーコアと下方のクラッド層の屈折率差の規模は、第一の方法により製造される導波路組立体におけるシリコーンコアとクラッド層の屈折率差について上述した通りである。

30

【0071】

第二の方法により作製される光導波路組立体の実施形態を図3に示す。この光導波路組立体は、基材10と、基材10を被覆する第一硬化組成物を含む下方のクラッド層20と、第二硬化組成物を含み、下方のクラッド層20の一部を被覆するコア30と、を含む。下方のクラッド層20及びポリマーコア30のうちの少なくとも1つは、上述のシリコーン組成物を含む硬化性ポリマー組成物から得られる。コア30は、589nmの波長を有する光に対して23にて約1.45~約1.60の屈折率を有し、下方のクラッド層20はコア30の屈折率よりも低い屈折率を有する。

40

【0072】

いくつかの実施形態では、平面型光導波路組立体を作製するための第二の方法は任意選択で、下方のクラッド層及びポリマーコアを第三組成物で被覆する工程であって、当該被覆により、第三膜を形成する、工程と、第三膜を硬化する工程であって、当該硬化により、上方のクラッド層を形成する、工程と、を更に含むことができ、上方のクラッド層はコアの屈折率よりも低い屈折率を有する。いくつかの実施形態ではこれらの任意選択工程は実施され、他の実施形態ではこれらの任意選択工程は実施されない。第三組成物は、第三硬化性ポリマー組成物であり得る。いくつかの実施形態では、第三組成物は第三シリコーン組成物であり、これに対応して第三膜は第三シリコーン膜である。いくつかの実施形態では、第三組成物は、光導波路組立体を形成するための第一の方法の工程(i)に記載の

50

シリコン組成物を含み得る。

【0073】

下方のクラッド層とコアと上方のクラッド層とを含む光導波路組立体において、一実施形態では、下方のクラッド層がシリコン組成物から得られる場合、上方クラッド層もシリコン組成物から得られる。第一組成物及び第三組成物がどちらもシリコン組成物を含む場合、 R^1 基、 R^2 基、 R^3 基、 R^4 基、 R^5 基、 R^6 基、a、b、c及びdは、第一硬化性ポリマー組成物と第三硬化性ポリマー組成物とで同一であり得る又は異なり得る。一実施形態では、第一組成物及び第三硬化性ポリマー組成物はどちらもシリコン組成物を含むが、第二硬化性組成物はシリコン組成物を含まない。別の実施形態では、(硬化してコアを形成する)第二組成物のみシリコン組成物を含む。

10

【0074】

別の実施形態では、三組成物全てがエポキシ官能化シリコン組成物を含む。シリコン組成物を構成するオルガノポリシロキサンにおいて、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、a、b、c及びdは、第二シリコン組成物の化学構造が第一シリコン組成物及び第三シリコン組成物の化学構造と異なるように、選択され得る。 R^1 基、 R^2 基、 R^3 基、 R^4 基、 R^5 基、 R^6 基、a、b、c及びdは、第一及び第三シリコン組成物において同じであり得る又は異なり得る。但し、下方のクラッド層及び上方のクラッド層のどちらの屈折率もポリマーコアの屈折率よりも低いものとする。

【0075】

下方のクラッド層及びポリマーコアを第三組成物で被覆する工程であって、当該被覆により、第三膜を形成する、工程と、第三ポリマー膜を硬化する工程であって、当該硬化により、上方のクラッド層を形成する、工程と、を含む第二の方法(上方のクラッド層はコアの屈折率よりも低い屈折率を有する)により作製される平面型光導波路組立体の一実施形態を図4に示す。この光導波路組立体は、基材10と、硬化第一組成物を含み、基材10の表面を被覆する下方のクラッド層20と、硬化第二組成物を含み、下方のクラッド層20の一部を被覆するポリマーコア30と、硬化第三組成物を含み、コア30及びコア30により被覆されていない下方のクラッド層20の一部を被覆する上方のクラッド層40と、を含む。ポリマーコア30は、約589nmの波長を有する光に対して約2.3にて約1.45~約1.60の屈折率を有する。下方のクラッド層20及び上方のクラッド層40はそれぞれ、コア30の屈折率よりも低い屈折率を有する。硬化第二組成物(コア30)のみ、硬化第一及び第三組成物(それぞれ、下方のクラッド層10及び上方のクラッド層40)のみ、又は全ての硬化組成物(ポリマーコア30及び両方のクラッド層20、40)は、その硬化前状態において、上述のシリコン組成物を含み得る。

20

30

【0076】

上方のクラッド層を有する又は有さない、光導波路組立体を作製する第一の方法、光導波路組立体を作製する第二の方法は、工程(iv)と工程(v)の間に追加工程を含み得る。追加工程において、工程(iv)で製造された部分露光膜を加熱し得る。この加熱は、放射線に露光された領域(「露光領域」)を工程(v)において使用されることになる現像溶媒に実質的に不溶性にするのに十分な時間にわたって行われる。しかし、追加の加熱工程後でも、工程(iv)で放射線に露光されていない領域(「非露光領域」)は、現像溶媒に可溶性であり得る。部分露光膜は、約50~約250の温度にて約0.1分~約10分間、又は約100~約200の温度にて約1分~約5分間、又は約135~約165の温度にて約2分~約4分間加熱され得る。この部分露光膜は、ホットプレート又はオープンといった従来の設備を用いて加熱され得る。例示的实施形態では、図3及び4に示されている実施形態のもののような光導波路は、この追加の加熱工程を含む第二の方法により作製することができる。

40

【0077】

光導波路組立体は、約589nmの波長を有する光に対して約2.3にて第一屈折率を有する基材と、この基材の一部の上に配設され、第二硬化ポリマー組成物を含む少なくとも一つのポリマーコアと、を含むことができ、この少なくとも一つのポリマーコアは、約

50

589 nmの波長を有する光に対して約2.3にて約1.45~約1.60の第二屈折率を有する。但し、第二屈折率は第一屈折率よりも高い。

【0078】

上述のように、いくつかの実施形態では、平面型光導波路組立体はクラッドを含むことができる。クラッドは、下方のクラッド層、上方のクラッド層、又は両方を含むことができる。存在する場合、下方のクラッド層は基材上かつ少なくとも1つのポリマーコアの下に配設され、硬化第一組成物を含む。また、下方のクラッド層は、約589 nmの波長を有する光に対して約2.3にて第三屈折率を有し、この第三屈折率は第二屈折率よりも低い。存在する場合、上方のクラッド層はポリマーコア上に配設され得る。下方のクラッド層及び上方のクラッド層がどちらも存在する場合、上方のクラッド層は、ポリマーコアと下方のクラッド層の両方の上に配設され得る。上方のクラッド層は第三硬化ポリマー組成物を含み、上方のクラッド層は、約589 nmの波長を有する光に対して約2.3にて第四屈折率を有する。第四屈折率は、第二屈折率よりも低い。

【0079】

本明細書に記載の方法は、高生産性製造プロセスに拡張可能であり得る。この方法は、単一基材上で複数の導波路を同時に製作することを可能にし得る。加えて、この方法は、従来のウェハ製作技術（例えば、コーティング、露光、現像、硬化）及び設備を採用する。更に、この方法は、光パターン形成可能なポリマー及びシリコン組成物を使用することができ、これにより、光パターン形成が不可能なポリマー組成物の使用に関連する追加のプロセス工程（例えば、フォトレジストの適用及びエッチング）を省く。最後に、この方法は高解像度を有することができ、すなわち、この方法は、クリティカルディメンションを良好に保持しながらフォトマスクから基材上のシリコン膜に画像を転写する。様々な実施形態において、この光導波路組立体を使用して、減衰器、スイッチ、スプリッター、ルーター、フィルター及び回折格子といった光集積回路を製作することができる。

【実施例】

【0080】

本発明は、ここに記載する実施例に制限されるものではない。実施例において使用されるエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂の構造は、 ^{13}C NMR及び ^{29}Si NMR計測を行うことにより、決定した。エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂の数平均分子量は、ポリスチレンスタンダードとの比較に基づいてGPCを用いて計算した。シラノール及びメトキシ基含量は、 ^{29}Si NMRにより測定した。膜厚は、TenCor Alphastep 200を使用して決定した。更に、下記の平均シロキサン単位式中のMe、Ph、Vi及びE³はそれぞれ、メチル、フェニル、ビニル及び2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチル基を表す。

【0081】

実施例1. エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A1)の調製

フェニルトリクロロシラン(505 g)とジメチルジクロロシラン(47 g)の混合物をトルエン(50 g)と2-プロパノール(142 g)と水(142 g)の混合物中で共加水分解及び縮合にかけることにより、シラノール含有メチルフェニルポリシロキサン樹脂の溶液を調製した。この溶液を炭酸水素ナトリウム水溶液で中和し、水で洗浄し、続いて、加熱して水を完全に除去した。2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン(226 g)と水酸化カリウム(2 g)の50重量%水溶液とを残っている溶液に加え、加熱及び攪拌しながら共沸脱水することにより水とメタノールとトルエンを除去した。このプロセスにおいて、適量のトルエンを加えて、固形物濃度を約50重量%に維持した。シラノール基の脱水縮合反応が終わってから、数時間にわたって溶液を追加的に還流させて、平衡反応を完了させた。冷却後、この反応系を固体酸性吸着剤で中和し、この吸着剤を濾別することにより、平均シロキサン単位式 $[\text{Me}_2\text{SiO}_2/2]_0.10$ 、 $[\text{PhSiO}_3/2]_0.30$ 、 $[\text{E}^3\text{SiO}_3/2]_0.25$ を有するエポキシ含有オルガノポリシロキサン樹脂のトルエン溶液(固形物含量: 499 g)を得た。このエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂の数平均分子量は2500であり、フェニル基含

量は59mol%であり、シラノール基とメトキシ基の合計含量は0.8mol%であった。

【0082】

実施例2．エポキシ含有オルガノポリシロキサン樹脂(A2)の調製

出発原材料としてフェニルトリクロロシラン(315g)とメチルトリクロロシラン(191g)とジメチルジクロロシラン(55g)と2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン(262g)を使用したことを除き、実施例1と同じやり方で反応を行うことにより、平均単位式 $[Me_2SiO_{2/2}]_{0.10}[MeSiO_{3/2}]_{0.30}[PhSiO_{3/2}]_{0.35}[E^3SiO_{3/2}]_{0.25}$ を有するエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂のトルエン溶液(固形物含量:490g)を得た。このエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂の数平均分子量は3700であり、フェニル基含量は32mol%であり、シラノール基とメトキシ基の合計含量は0.9mol%であった。

10

【0083】

実施例3．エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A3)の調製

出発原料がフェニルトリクロロシラン(423g)とジメチルジクロロシラン(23.5g)とトリメトキシクロロシラン(39.5g)と2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン(269g)とから構成されたことを除き、実施例1におけるのと同じ反応により、次の平均単位式 $[Me_2ViSiO_{1/2}]_{0.10}[Me_2SiO_{2/2}]_{0.05}[PhSiO_{3/2}]_{0.55}[E^3SiO_{3/2}]_{0.30}$ で表されるエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂のトルエン溶液(固形物490g)を調製した。得られたエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂において、数平均分子量は1700であり、フェニル基含量は44mole%であり、シラノール基とメトキシ基の合計含量は0.6mole%であった。

20

【0084】

実施例4．エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A4)の調製

出発原料がフェニルトリクロロシラン(505g)とメチルビニルジクロロシラン(52g)と2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン(226g)とから構成されたことを除き、実施例1におけるのと同じ反応により、次の平均単位式 $[MeViSiO_{2/2}]_{0.10}[PhSiO_{3/2}]_{0.65}[E^3SiO_{3/2}]_{0.25}$ で表されるエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂のトルエン溶液(固形物499g)を調製した。得られたエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂において、数平均分子量は2600であり、フェニル基含量は59mole%であり、シラノール基とメトキシ基の合計含量は0.8mole%であった。

30

【0085】

実施例5．エポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂(A5)の調製

出発原料がフェニルトリクロロシラン(424g)とジメチルジクロロシラン(77g)とテトラメトキシシラン(61g)と2-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン(246g)とから構成されたことを除き、実施例1におけるのと同じ反応により、次の平均単位式 $[Me_2SiO_{2/2}]_{0.15}[PhSiO_{3/2}]_{0.50}[E^3SiO_{3/2}]_{0.25}[SiO_{4/2}]_{0.10}$ で表されるエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂のトルエン溶液(固形物499g)を調製した。得られたエポキシ官能性オルガノポリシロキサン樹脂において、数平均分子量は3900であり、フェニル基含量は48mole%であり、シラノール基とメトキシ基の合計含量は1.0mole%であった。

40

【0086】

実施例1～5において、樹脂を更に処理する前に、トルエンは、加熱、減圧又はその両方で、除去することができる。

【0087】

実施例6

50

以下の組成を有する配合 1 ~ 4 を調製した。

【 0 0 8 8 】

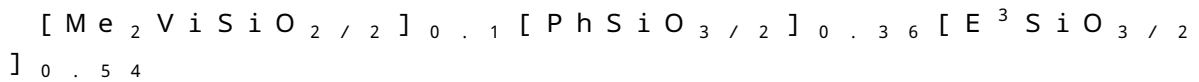
【表 1】

配合	樹脂溶液、g(固形分70重量%)	トルエン、g	ジエポキシ、g	UV9820、g
1(0%)	34.35	25.65	0	1.20
2(5%)	32.66	24.37	1.35	1.18
3(10%)	34.38	25.65	3.00	1.26
4(25%)	30.56	22.80	8.02	1.24

10

【 0 0 8 9 】

樹脂溶液は、トルエンを 30 重量%と、以下の平均単位式を有する樹脂を 70 重量%と、からなる。



【 0 0 9 0 】

UV9820は、SbF₆系ヨードニウム光触媒である当業者に既知の光酸発生剤である。ジエポキシは、PC-1000であった。

【 0 0 9 1 】

各配合を用い、500RPM/200(rpm/s)の加速を45秒間用いてスピコーティングすることにより、シリコンウェハ上に膜を調製した。この膜を次に110にて3分間プリベークした。この膜をQuintelQ-7000 Mask Alignerで1.2Jの紫外線に暴露した。この膜を110にて3分間熱硬化させた。次に膜厚を表面計(Tencor Alphastep 500)によって測定して、初期厚を得た。このウェハを次にスピコーターで現像した(メシチレンで60秒静かに洗浄し、メシチレン及びイソプロピルアルコールで250rpmにて10秒すすぎ、その後、1500rpmで30秒乾燥させた)。このウェハを次に150にて30秒ベークし、室温に放冷し、その後、最終厚を測定した。

20

【 0 0 9 2 】

【表 2】

配合	初期厚(μm)	最終厚(μm)
1	7.4	5.9
2	7.5	7.3
3	7.8	7.6
4	8.7	8.7

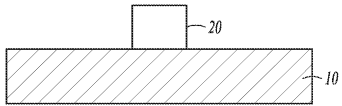
30

【 0 0 9 3 】

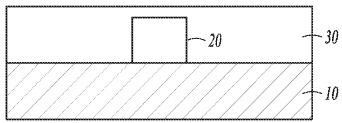
利用されてきた用語及び表現は、説明の用語として使用され、制限するものではなく、そのような用語及び表現の使用において、示され、説明される特性及びその一部のいずれの等価物を除外する意図はなく、むしろ様々な修正が主張される本発明の範囲内で可能であることを認識されたい。よって、本発明は好ましい実施形態及び任意の特性によって具体的に開示されてきたが、本明細書に開示される内容の修正及び変形は当業者によって行われ得、そのような修正及び変形は付属の特許請求の範囲によって定義される本発明の範囲内であると考えられることを理解するべきである。

40

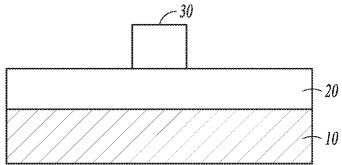
【図1】



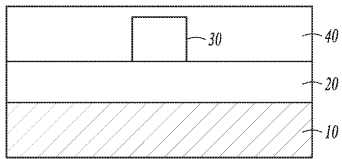
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

- (72)発明者 ジョン ヴィエリング ジュニア デグロット
アメリカ合衆国 ミシガン州 48642 ミッドランド オータム リッジ サークル ノース
4601
- (72)発明者 デイビッド ジェー デシェイザー
アメリカ合衆国 ミシガン州 48708 ベイ シティ 第6 ストリート 1304
- (72)発明者 シェドリック オネル グローバー
アメリカ合衆国 ミシガン州 48640 ミッドランド フォックスボロ コート 6001
- (72)発明者 カレン エル ヒューストン
アメリカ合衆国 ミシガン州 48640 ミッドランド キャリエッジ コート 3173
- (72)発明者 ジョン ラドゥース
アメリカ合衆国 ミシガン州 48623 フリーランド ローン ロード 4181

審査官 久保 道弘

- (56)参考文献 特開2007-238868(JP,A)
特開2005-216352(JP,A)
特開2007-217704(JP,A)
特開2010-031149(JP,A)
特開2004-102247(JP,A)
特開2012-237778(JP,A)
特開2012-255125(JP,A)
国際公開第2005/063843(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08G 59/00 - 59/72
C08L 63/00 - 63/10
CAplus/REGISTRY(STN)