

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4557487号
(P4557487)

(45) 発行日 平成22年10月6日(2010.10.6)

(24) 登録日 平成22年7月30日(2010.7.30)

(51) Int.Cl.

G02B 6/00 (2006.01)

F 1

G02B 6/00 391

請求項の数 7 外国語出願 (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2002-95177 (P2002-95177)
 (22) 出願日 平成14年3月29日 (2002.3.29)
 (65) 公開番号 特開2003-48984 (P2003-48984A)
 (43) 公開日 平成15年2月21日 (2003.2.21)
 審査請求日 平成17年3月28日 (2005.3.28)
 (31) 優先権主張番号 09/821527
 (32) 優先日 平成13年3月29日 (2001.3.29)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 591016862
 ローム・アンド・ハース・エレクトロニク・マテリアルズ、エル.エル.シー.
 アメリカ合衆国、マサチューセッツ 01752、マールボロ、フォレスト・ストリート 455
 (74) 代理人 110000589
 特許業務法人センダ国際特許事務所
 (74) 代理人 100112586
 弁理士 橋本 幸治
 (74) 代理人 100101281
 弁理士 辻永 和徳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ウェーブガイドおよび組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) 重合単位として式($R SiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニル(C₁-C₅)アルキルである)のモノマーを含むシルセスキオキサンオリゴマー；並びに光酸発生剤および光塩基発生剤から選択される光活性成分を含むフォトディファイナブル組成物の層を基体上に堆積させる段階；並びにb)該組成物を化学線で露光して、光ウェーブガイドを形成する段階を含む光ウェーブガイドの製造法。

【請求項 2】

シルセスキオキサンオリゴマーが重合単位としてさらに式($R^2SiO_{1.5}$) (式中、R²は、ヒドロキシフェニル、ヒドロキシフェニル(C₁-C₅)アルキル、フェニル、ハロフェニル、(C₁-C₁₀)アルキルフェニル、(C₁-C₁₀)フルオロアルキルフェニル、(C₁-C₁₀)アルキルおよび(C₁-C₁₀)フルオロアルキルから選択され、RおよびR²は同一でない)のモノマーを含む請求項1記載の方法。10

【請求項 3】

フォトディファイナブル組成物がさらに1またはそれ以上の有機架橋剤を含む請求項1又は2に記載の方法。

【請求項 4】

コアおよびクラッディングを含む光ウェーブガイドであって、コアおよびクラッディングの少なくとも1つが、重合単位として式($R SiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニル(C₁-C₅)アルキルである)のモノマーを含むシルセスキオキサンポリマー20

を含む光ウェーブガイド。

【請求項 5】

コアおよびクラッディングを含む光ウェーブガイドであって、コアおよびクラッディングの少なくとも 1 つが、重合単位として式 (R S i O _{1 . . . 5}) (式中、 R は、 ヒドロキシベンジルである) のモノマーを含むシルセスキオキサンポリマー；および 1 またはそれ以上の有機架橋剤を含む光ウェーブガイド。

【請求項 6】

シルセスキオキサンポリマーがさらに重合単位として式 (R ² S i O _{1 . . . 5}) (式中、 R ² は、 ヒドロキシフェニル、ヒドロキシフェニル (C ₁ - C ₅) アルキル、フェニル、ハロフェニル、 (C ₁ - C ₁₀) アルキルフェニル、 (C ₁ - C ₁₀) フルオロアルキルフェニル、 (C ₁ - C ₁₀) アルキルおよび (C ₁ - C ₁₀) フルオロアルキルから選択され、 R および R ² が同一でない) のモノマーを含む請求項 4 又は 5 に記載の光ウェーブガイド。

10

【請求項 7】

請求項 4 から 6 のいずれか一つに記載の光ウェーブガイドを含む電子デバイス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、一般にウェーブガイド (w a v e g u i d e) の分野に関する。特に、本発明は光ウェーブガイドとして有用なフォトディファイナブルシルセスキオキサン組成物に関する。

20

【0002】

データおよび情報の伝達において光はますます重要になってきている。たとえば、多くの用途において光ファイバーケーブルが従来の電線に取って代わってきている。かかる情報を伝送する光を取り込み、伝達し、配送するためには、ガイドおよびスイッチが必要である。

【0003】

光ウェーブガイドは個々に用いることができ、また基体上に支持されたアレイ (a r r a y) として用いることができる。このようなウェーブガイドは、典型的にはコア物質およびクラッディング層を含む。光はコア物質中で伝搬され、コア物質よりも屈折率が低いクラッディング層に含まれる。平面的光ウェーブガイドは二次元基体表面を横切って光を伝達するように設計されている。この装置は、通常、特定の経路において入力シグナルから出力シグナルを修飾するために、光について受動的機能を果たす。たとえば、スプリッターは 1 つのウェーブガイドにおける光シグナルを 2 またはそれ以上のウェーブガイドに分割する。カップラーは、2 またはそれ以上のウェーブガイドからの光シグナルをより少數のウェーブガイドに加える。スペクトルフィルター、ポーラライザーおよびアイソレーターをウェーブガイドの設計に組み込むことができる。波長分割多重 (「 W D M 」) 構造は、通常、層アレイデザインまたはグレーティングのいずれかを用いることにより、入力光シグナルをスペクトル的に別個の出力ウェーブガイドに分ける。平面的光ウェーブガイドは、1 つのプラットフォーム上に複数の機能を含む点において特に有利である。

30

【0004】

ウェーブガイドは活性な機能も含むことができ、すなわち、入力シグナルが第二の光または電気シグナルとの相互作用により変更される。活性機能の例としては、たとえば、電気 - 光、熱 - 光または音 - 光装置での増幅およびスイッチングが挙げられる。

40

【0005】

光ウェーブガイドとしての使用に適した多くの構造、特に、シロキサンまたはシルセスキオキサンから調製されるものが知られている。たとえば、 W O 9 7 / 2 4 2 2 3 (R i s e n l a) は、高度にカルボキシル化されたポリシロキサンの使用を開示している。かかる物質は、メチルまたはビニル側鎖を含む場合、フリーラジカル光開始剤の存在下で光分解により架橋して、不溶性シロキサンフィルムまたはパターンを形成することができる。未架橋物質をその後、有機溶剤で除去することができる。残存する架橋物質をその後、熱に

50

より酸化させて、光ウェーブガイドとして有用なパターン化されたシリカフィルムが形成される。

【0006】

米国特許第6144795号(Dawesら)は、トランスマルチプリント技術またはエンボス技術のいずれかを用いて平面光ウェーブガイドコアを形成する方法を開示している。コアおよびクラッディング物質の少なくとも1つを有するこのようなウェーブガイドは、珪素および酸素原子を含む拡大されたマトリックスを包含する無機-有機ハイブリッドであり、珪素原子の少なくとも一部は、置換または非置換炭化水素部分と直接結合している。炭化水素部分は、アルキルまたはアリールのいずれかである。メチルおよびフェニルのみが具体的に開示されている炭化水素基である。

10

【0007】

米国特許第6087064号(Linら)は、フォトレジスト組成物において有用なある種のシルセスキオキサンポリマーを開示している。該フォトレジスト組成物は、30~90重量%の式($R^1SiO_{1.5}$)_n-($R^2SiO_{1.5}$)_m(式中、nおよびmは0より大きく、R¹はアルキル基中に少なくとも2個の炭素原子を有するヒドロキシフェニルアルキルであり、R²はアルキル、シクロアルキル、およびアリールからなる群から選択される)のシルセスキオキサンポリマー；および70~10重量%の非シルセスキオキサンポリマーを含む。ウェーブガイド、ウェーブガイドの製造法のどちらもこの特許においては開示されていない。

20

【0008】

ウェーブガイドの公知製造方法は、1)ガラスファイバーを基体上の中空部分中に手作業で入れる；2)所望の構造の型にポリマー材料を充填し、これを熱硬化させ、その後、型から取り出す；および3)バルクウェーブガイド物質を基体上に堆積させ、バルク物質をフォトレジストでコーティングし、フォトレジストをイメージ化し、望ましくないバルク物質をエッティングにより除去し、その後、フォトレジストを除去することを含む。これらのプロセスのそれぞれは、ウェーブガイドを画定するために複数の工程を必要とすること、潜在的な側壁の粗さ、分解能が限定されることおよび労働コストが増大していることなどの欠点を有している。

【0009】

したがって、公知プロセスよりも必要とされる工程が少なく、分解能がより良好で、側壁粗さが少ないウェーブガイドの製造法が必要とされている。

30

【0010】

意外にも、本発明のリソグラフィー法によりウェーブガイドを容易に調製できることが見いだされた。さまざまなウェーブガイド構造を本発明により調製することができる。

【0011】

第一の態様において、本発明は、重合単位として($RSiO_{1.5}$)(式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンオリゴマー；および光活性成分を含み、該シルセスキオキサンオリゴマーの溶解度が化学線で露光することにより変更されるフォトディファイナブル組成物を提供する。

40

【0012】

第二の態様において、本発明は、a)重合単位として式($RSiO_{1.5}$)(式中、Rはヒドロキシフェニルまたはヒドロキシフェニル(C₁-C₅)アルキルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンオリゴマー；および光活性成分を含むフォトディファイナブル組成物の層を基体上に堆積させる段階；およびb)該組成物を化学線で露光して光ウェーブガイドを形成する段階を含む、光ウェーブガイドの製造法を提供する。

【0013】

第三の態様において、本発明はコアおよびクラッディングを含む光ウェーブガイドであって、コアおよびクラッディングの少なくとも1つが重合単位として式($RSiO_{1.5}$)(式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシフェニル(C₁-C₅)アルキルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンポリマーを含む光ウェーブガイドを

50

提供する。

【0014】

第四の態様において、本発明はコアおよびクラッディングを含む1またはそれ以上の光ウェーブガイドを含む電子デバイスであって、コアおよびクラッディングの少なくとも1つが、重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシフェニル(C_1-C_5)アルキルから選択される)のモノマーを含むシリセスキオキサンポリマーを含む電子デバイスを提供する。

【0015】

第五の態様において、本発明は、重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシリセスキオキサンオリゴマー；1またはそれ以上の架橋剤；および光活性成分を含むフォトディファイナブル組成物であって、該シリセスキオキサンオリゴマーの溶解度が化学線で露光することにより変更される組成物を提供する。

10

【0016】

第六の態様において、本発明は、a)重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシリセスキオキサンオリゴマー；1またはそれ以上の有機架橋剤；および光活性成分を含むフォトディファイナブル組成物の層を基体上に堆積させる段階；およびb)該組成物を化学線で露光して光ウェーブガイドを形成する段階を含む、光ウェーブガイドの製造法を提供する。

20

【0017】

第七の態様において、本発明はコアおよびクラッディングを含む光ウェーブガイドであって、コアおよびクラッディングの少なくとも1つは、重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシリセスキオキサンポリマー；および1またはそれ以上の有機架橋剤を含むウェーブガイドを提供する。

【0018】

第八の態様において、本発明は、コアおよびクラッディングを含み、該コアおよびクラッディングの少なくとも1つは重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシリセスキオキサンポリマー；および1またはそれ以上の有機架橋剤を含む1またはそれ以上のウェーブガイドを含む電子デバイスを提供する。

30

【0019】

本明細書において使用する場合、以下の略号は特記しない限り以下の意味を有する：
= 摂氏度；wt% = 重量パーセント；mJ = ミリジュール；μm = ミクロン = マイクロメートル；nm = ナノメートル；cm = センチメートル；in. = インチ；N = 規定；rpm = 1分間あたりの回転数；mil = 0.001インチ。

【0020】

「オリゴマー」とは、二量体、三量体、四量体などを意味する。「ポリマー」なる用語は、オリゴマー、二量体、三量体、四量体などを包含し、ホモポリマーおよびコポリマーのどちらも意味する。「クロスリンカー」および「架橋剤」なる用語は本明細書において交換可能に用いられる。「樹脂」および「ポリマー」は本明細書において交換可能に用いられる。「アルキル」なる用語は、直鎖、分枝および環状アルキルを意味する。「ハロゲン」および「ハロ」なる用語は、フッ素、塩素、臭素、およびヨウ素を包含する。したがって、「ハロゲン化」なる用語は、フッ素化、塩素化、臭素化、およびヨウ素化を意味する。「フルオロアルキル」とは、部分的フッ素化および過フッ素化アルキルのどちらも意味する。

40

【0021】

特記しない限り、すべての量は重量パーセントであり、すべての比は重量比である。このような数の範囲が合計して100%になることが明らかである場合以外は、すべての数の

50

範囲は両端を含み、任意の順序で組合せ可能である。

【0022】

本発明は、重合単位として式($R SiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンオリゴマー；および光活性成分を含み、該シルセスキオキサンオリゴマーの溶解度が化学線で露光することにより変更されるフォトディファイナブル組成物を提供する。シルセスキオキサンオリゴマー上の有機部分は、架橋反応することができる1またはそれ以上のヒドロキシル基を含む。このようなフォトディファイナブル組成物はネガ型である。有機部分はヒドロキシベンジルであるのが好ましい。

【0023】

シルセスキオキサンオリゴマーがホモオリゴマーであってよい、すなわち、1つのモノマーだけを含んでもよいし、またはコオリゴマーであってもよい、すなわち、2またはそれ以上のモノマーを含んでもよいことは当業者には理解できるであろう。1つだけモノマーを用いる場合、本発明のシルセスキオキサンオリゴマーは一般式($R^1 SiO_{1.5}$)_n (式中、 R^1 はヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルであり、nは0よりも大きい)を有する。1より多くのシルセスキオキサンモノマーを用いる場合、少なくとも1つのシルセスキオキサンモノマーは有機部分としてヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルを含み、より好ましくはヒドロキシベンジルを含む。2以上のモノマーを使用する場合、このような第二のモノマーは、一般式($R^2 SiO_{1.5}$)_m (式中、 R^2 は、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシフェニル($C_1 - C_5$)アルキル、フェニル、ハロフェニル、($C_1 - C_{10}$)アルキルフェニル、($C_1 - C_{10}$)フルオロアルキルフェニル、($C_1 - C_{10}$)アルキルまたは($C_1 - C_{10}$)フルオロアルキルであり、mは0よりも大きい)を有するのが好ましい。このような R^2 基は所望により置換されていてよい。「置換」とは、アルキルおよび/またはフェニル基上の1またはそれ以上の水素が、ヒドロキシル、($C_1 - C_{10}$)アルコキシ、($C_1 - C_{10}$)アルキルカルボニル、($C_1 - C_{10}$)アルコキシカルボニル、($C_1 - C_{10}$)アルキルカルボニルオキシなどの他の置換基で置換されていることを意味する。したがって、2以上のシルセスキオキサンモノマーを含む特に適当なシルセスキオキサンオリゴマーは、($R^1 SiO_{1.5}$)_n ($R^2 SiO_{1.5}$)_m (式中、 R^1 、 R^2 、nおよびmは前記定義のとおりである)を含むものである。2以上のシルセスキオキサンモノマーを用いる場合、少なくとも1つの有機部分は、ヒドロキシベンジルまたはヒドロキシフェニルエチルから選択されるのが好ましい。さらに、3またはそれ以上のシルセスキオキサンモノマーが本発明のシルセスキオキサンオリゴマー中に存在してもよいと理解される。

【0024】

別の例において、一般式($R^1 SiO_{1.5}$)_n (式中、 R^1 はヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルであり、nは0よりも大きい)のシルセスキオキサンオリゴマーと1またはそれ以上のオリゴマーのブレンドが適当に用いられる。このような他のオリゴマーはシルセスキオキサンオリゴマー、たとえば、式($R^2 SiO_{1.5}$)_m (式中、 R^2 はヒドロキシフェニル、ヒドロキシフェニル($C_1 - C_5$)アルキル、フェニル、ハロフェニル、($C_1 - C_{10}$)アルキルフェニル、($C_1 - C_{10}$)フルオロアルキルフェニル、($C_1 - C_{10}$)アルキルまたは($C_1 - C_{10}$)フルオロアルキルであり、mは0よりも大きい)を含むもの、シロキサンオリゴマー、あるいは有機(非-珪素含有)オリゴマーであってもよい。

【0025】

本発明のシルセスキオキサンのヒドロキシフェニルおよびヒドロキシフェニル($C_1 - C_5$)アルキル部分は、少なくとも1つのヒドロキシル基を含み、2、3またはそれ以上のヒドロキシ基を含んでもよい。このようなヒドロキシフェニルおよびヒドロキシフェニル($C_1 - C_5$)アルキル部分は、さらに置換されていてよい。「置換ヒドロキシフェニル」とは、1またはそれ以上のフェニル水素が別の置換基で置換されていることを意味する。同様に、「置換ヒドロキシフェニル($C_1 - C_5$)アルキル」とは、フェニルおよび

10

20

30

40

50

／またはアルキル基の1またはそれ以上の水素が他の置換基で置換されていることを意味する。適当な置換基としては、重水素、ハロゲン、好ましくはフッ素、(C₁ - C₆)アルキル、(C₁ - C₆)ハロアルキルなどが挙げられる。一例において、本発明のシリセスキオキサンオリゴマーは、カルボン酸およびスルホン酸基などの酸含有基を含まないのが好ましい。他の例においては、このような酸含有基が望ましい場合もある。

〔 0 0 2 6 〕

前記式において、nおよびmはシルセスキオキサンオリゴマーにおける繰り返し単位の数である。本発明のシルセスキオキサンオリゴマーは広範囲の繰り返し単位を含むことができる。したがって、nおよびmは広範囲におよび、たとえば、1～100000である。好ましくは、nおよびmは独立して1～50000、より好ましくは3～10000、さらにより好ましくは3～1000である。

したがって、シリセスキオキサンオリゴマーの分子量は広範囲に及ぶ。特に適当な分子量は200～100000の範囲であり、好ましくは500～25000、より好ましくは1000から20000である。

〔 0 0 2 7 〕

光酸発生剤および光塩基発生剤を包含するが、これに限定されないさまざまな光活性成分を本発明において用いることができる。光酸発生剤が好ましい。

〔 0 0 2 8 〕

本発明において有用な光塩基発生剤は、典型的には約320から420ナノメートルの波長の光に露光すると塩基を放出する任意の化合物であるが、他の波長が適当である場合もある。適当な光塩基発生剤としては、これに限定されないが、ベンジルカルバメート、ベンゾインカルバメート、O-カルバモイルヒドロキシアミン、O-カルバモイルオキシム、芳香族スルホンアミド、アルファ-ラクタム、N-(2-アリルエテニル)アミド、アリールアジド化合物、N-アリールホルムアミド、および4-(オルト-ニトロフェニル)ジヒドロピリジンが挙げられる。

【 0 0 2 9 】

本発明において有用な光酸発生剤は、典型的には約320から420ナノメートル（他の波長が適当である場合もある）の光に露光すると酸を放出する任意の化合物である。適当な光酸発生剤としては、これに限定されないが、ハロゲン化トリアジン、オニウム塩、およびスルホン化エステルが挙げられる。

(0 0 3 0)

特に有用なハロゲン化トリアジンとしては、ハロメチル-s-トリアジンが挙げられる。適當なハロゲン化トリアジンとしては、たとえば、2-(1-(3,4-ベンゾジオキソリル))-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,2,5-トリアジン、2-(1-(2,3-ベンゾジオキソリル))-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(1-(3,4-ベンゾジオキソリル))-4,6-ビス(トリプロモメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(1-(2,3-ベンゾジオキソリル))-4,6-ビス(トリプロモメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-フルフィルエチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(5-メチルフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(4-メチルフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(3-メチルフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(4,5-ジメチルフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(5-メトキシフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(4-メトキシフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(3-メトキシフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-(4,5-ジメトキシフリル)エチリデン)-4,6-ビス(トリクロロメチル)-1,3,5-トリアジン、2-(2-フルフィルエチリデン)-4,6-ビス(トリプロモメチル)-1,3,5-トリアジン。

メチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (5 - メチルフリル) エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (4 - メチルフリル) - エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (3 - メチルフリル) エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (4 , 5 - ジメトキシフリル) エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (5 - メトキシフリル) エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (4 - メトキシフリル) エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (3 - メトキシフリル) エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (4 , 5 - ジメトキシフリル) エチリデン) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (2 - (4 - メトキシフリル) - tris - (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 , 4 , 6 - tris - (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - フェニル - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - フェニル - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (4 - メトキシフェニル) - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (4 - メトキシフェニル) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (1 - ナフチル) - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (1 - ナフチル) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (4 - メトキシ - 1 - ナフチル) - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (4 - メトキシ - 1 - ナフチル) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (4 - クロロフェニル) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - スチリル - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - スチリル - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (4 - メトキシスチリル) - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (4 - メトキシスチリル) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (3 , 4 , 5 - トリメトキシスチリル) - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (3 , 4 , 5 - トリメトキシスチリル) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (3 - クロロ - 1 - フェニル) - 4 , 6 - ビス (トリクロロメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン、2 - (3 - クロロフェニル) - 4 , 6 - ビス (トリプロモメチル) - 1 , 3 , 5 - トリアジンなどが挙げられる。本発明において有用な他のトリアジンタイプの光酸発生剤は、米国特許第 5 3 6 6 8 4 6 号に開示され、本発明の一部として参照される。

【 0 0 3 1 】

s - トリアジン化合物は、ある種のメチル - ハロメチル - s - トリアジンとある種のアルデヒドまたはアルデヒド誘導体との縮合反応生成物である。このような s - トリアジン化合物は、米国特許第 3 9 5 4 4 7 5 号および Wakabayashiら、 Bulletin of the Chemical Society of Japan, 42, 2924 - 30 (1969) に開示されている方法により調製することができる。

【 0 0 3 2 】

弱求核アニオンとのオニウム塩は、本発明において光酸発生剤として使用するのに特に適している。このようなアニオンの例は、たとえば、アンチモン、スズ、鉄、ビスマス、アルミニウム、ガリウム、インジウム、チタン、ジルコニウム、スカンジウム、クロム、ハフニウム、銅、ホウ素、燐および砒素などの二価から六価金属または非金属とのハロゲン複合体アニオンである。適当なオニウム塩の例としては、これに限定されないが、ジアリール - ジアゾニウム塩および周期律表の V A および B 、 I I A および B ならびに I 群のオニウム塩、たとえば、ハロニウム塩、第四アンモニウム塩、ホスホニウムおよびアルソニウム塩、芳香族スルホニウム塩およびスルホキソニウム塩またはセレンニウム塩が挙げられる。適当なオニウム塩の例は、米国特許第 4 4 4 2 1 9 7 号；第 4 6 0 3 1 0 1 号；および第 4 6 2 4 9 1 2 号に開示され、これらはすべて本発明の一部として参照される。スル

10

20

30

40

50

ホニウム塩、たとえば、トリフェニルスルホニウムヘキサフルオロホスフェートが好ましい。

【0033】

本発明において光酸発生剤として有用なスルホン化エステルとしては、スフホニルオキシケトンが挙げられる。適当なスルホン化エステルとしては、これに限定されないが：ベンゾイントシレート、t-ブチルフェニルアルファ-(p-トルエンスルホニルオキシ)-アセテート、およびt-ブチルアルファ-(p-トルエンスルホニルオキシ)-アセテートが挙げられる。このようなスルホン化エステルは、Journal of Photo polymer Science and Technology, vol 4, No. 33 47-340 (1991)に開示され、これは本発明の一部として参照される。

10

【0034】

本発明において有用な光活性成分の量は、シルセスキオキサンオリゴマーの架橋を触媒するのに十分な量である。光活性成分は、典型的には組成物の重量に基づいて0.1~25重量%の範囲において用いられる。光活性成分が0.1~15重量%の範囲の量において存在するのが好ましく、0.1~12重量%の範囲がより好ましく、5重量%以下がさらによりにより好ましい。特に適当な範囲は0.1~5重量%である。

【0035】

本発明の組成物は、所望により1またはそれ以上の有機架橋剤を含んでもよい。シルセスキオキサンオリゴマーと反応する任意の芳香族または脂肪族架橋剤が本発明において使用するのに適している。このような有機架橋剤は、硬化して、シルセスキオキサンオリゴマーと重合網状構造を形成し、選択された溶剤中の溶解度を低下させる。このような有機架橋剤は、モノマーであってもよいし、ポリマーであってもよい。当業者らは、本発明において架橋剤は組み合わせて有效地に用いられることを理解できるであろう。

20

【0036】

本発明において有用な適当な有機架橋剤としては、これに限定されないが：アミン含有化合物、エポキシ含有化合物、少なくとも2個のビニルエーテル基を含む化合物、アリル置換芳香族化合物、およびその組合せが挙げられる。好ましい架橋剤としては、アミン含有化合物およびエポキシ含有物質が挙げられる。

【0037】

本発明における架橋剤として有用なアミン含有化合物としては、これに限定されないが、メラミンモノマー、メラミンポリマー、アルキロールメチルメラミン、ベンゾグアナミン樹脂、ベンゾグアナミン-ホルムアルデヒド樹脂、尿素-ホルムアルデヒド樹脂、グリコールウリル-ホルムアルデヒド樹脂、およびその組合せが挙げられる。これらの樹脂は、アルコール含有溶液中アクリルアミドまたはメタクリルアミドコポリマーとホルムアルデヒドとの反応により、あるいは別法として、N-アルコキシメチルアクリルアミドまたはメタクリルアミドを他の適当なモノマーと共に重合させることにより調製することができる。特に適当なアミン-ベースのクロスリンカーとしては、Cytec of West Paterson, New Jerseyにより製造されるメラミン、たとえば、CYMEL 300、301、303、350、370、380、1116および1130；ベンゾグアナミン樹脂、たとえば、CYMEL 1123および1125；グリコールウリル樹脂CYMEL 1170、1171および1172；ならびに尿素系樹脂BEEETLE 60、65および80(Cytec, West Paterson, New Jerseyから入手可能)が挙げられる。多数の同様のアミン系化合物がさまざまな供給業者から商業的に入手可能である。

30

【0038】

メラミンが好ましいアミン系クロスリンカーである。特に好ましいのは、アルキロールメチルメラミン樹脂である。これらの樹脂は、典型的にはエーテル、たとえば、トリアルキロールメチルメラミンおよびヘキサアルキロールメチルメラミンである。アルキル基は、1~8個またはそれ以上の炭素原子を有してもよいが、メチルが好ましい。反応条件およびホルムアルデヒドの濃度によって、メチルエーテルは互いに反応してさらに複雑な単位

40

50

を形成することができる。

【0039】

本発明においてクロスリンカーとして有用なエポキシ含有物質は、開環により重合可能な1またはそれ以上のオキシラン環を有する任意の有機化合物である。このような物質は、一般にエポキシドと呼ばれ、これに限定されないが：モノマー-エポキシ化合物、および脂肪族、脂環式、芳香族または複素環式化合物であってもよいポリマー-エポキシドが挙げられる。好ましいエポキシ架橋物質は、一般に一分子あたり平均して少なくとも2個の重合性エポキシ基を有する。ポリマー-エポキシドとしては、末端エポキシ基を有する直鎖ポリマー（たとえば、ポリオキシアルキレングリコールのジグリシジルエーテル）、骨格オキシラン単位を有するポリマー（たとえば、ポリブタジエンポリオキシド）、およびペンドントエポキシ基を有するポリマー（たとえば、グリシジルメタクリレートポリマーまたはコポリマー）が挙げられる。エポキシドは、純粋な化合物であってもよいが、一般には1分子あたり1、2またはそれ以上のエポキシ基を含む混合物である。

10

【0040】

有用なエポキシ含有物質は、低分子量モノマー物質およびオリゴマーから比較的高分子量のポリマーまでさまざまであり、その主鎖および置換基の性質が大きく異なる。たとえば、主鎖は任意の種類のものであってもよく、置換基はオキシラン環と室温で反応する任意の置換基を含まない任意の基である。適当な置換基としては、これに限定されないが：ハロゲン、エステル基、エーテル、スルホネート基、シロキサン基、ニトロ基、ホスフェート基などが挙げられる。

20

【0041】

本発明において特に有用なエポキシ含有物質としては、グリシジルエーテルが挙げられる。例は、多価フェノールを過剰のクロロヒドリン、たとえば、エピクロロヒドリン（たとえば、2,2-ビス-(2,3-エポキシプロポキシフェノール)プロパンのジグリシジルエーテル）と反応させることにより得られる多価フェノールのグリシジルエーテルである。このようなグリシジルエーテルとしては、ビスフェノールAエポキシド、たとえば、ビスフェノールAエトキシル化ジエポキシドが挙げられる。このタイプのエポキシドのさらなる例は、米国特許第3018262号に開示され、該特許がこのようなエポキシドの調製について記載している範囲において本発明の一部として参照される。

30

【0042】

本発明において有用な適当なエポキシドとしては、これに限定されないが、エピクロロヒドリン、グリシドール、グリシジルメタクリレート、p-ターシャリーブチルフェノールのグリシジルエーテル（たとえば、CelaneseからEPI-REZ5014の商品名で入手可能なもの）；ビスフェノールAのジグリシジルエーテル（たとえば、Shell Chemical Co.からEPON828、EPON1004およびEPON1010の商品名で入手可能なもの；ならびにDow Chemical Co.から得られるDER-331、DER-332およびDER-334）、ビニルシクロヘキセンジオキシド（たとえば、Union Carbide Corp.から得られるERL-4206）、3,4-エポキシ-6-メチル-シクロヘキシルメチル-3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキセンカルボキシレート（たとえば、Union Carbide Corp.から得られるERL-4201）、ビス(3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル)アジペート（たとえば、Union Carbide Corp.から得られるERL-4289）、ビス(2,3-エポキシシクロペンチル)エーテル（たとえば、Union Carbide Corp.から得られるERL-0400）、ポリプロピレングリコールで変成された脂肪族エポキシ（たとえば、Union Carbide Corp.から得られるERL-4050およびERL-4269）、ジペンテングリオキシド（たとえば、Union Carbide Corp.から得られるERL-4269）、難燃性エポキシ樹脂（たとえば、Dow Chemical Co.から得られる臭素化ビスフェノールタイプのエポキシ樹脂であるDER-580）、フェノールホルムアルデヒドノボラックの1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテル（たとえ

40

50

ば、Dow Chemical Co. から得られるDEN-431およびDEN-438)、およびレゾルシノールジグリシジルエーテル(たとえば、Koppers Company, Inc. から得られるKOPOXITE)が挙げられる。

【0043】

少なくとも2個のビニルエーテル基を含む化合物としては、これに限定されないが、脂肪族、脂環式、芳香族または芳香族脂肪族ジオールのジビニルエーテルが挙げられる。このような物質の例としては、1~12個の炭素原子を有する脂肪族ジオール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリブチレングリコール、ジメチルシクロヘキサンなどのジビニルエーテルが挙げられる。少なくとも2個のビニルエーテル基を有する特に有用な化合物としては、エチレングリコール、トリメチレン-1,3-ジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、レゾルシノール、ビスフェノールAなどのジビニルエーテルが挙げられる。

【0044】

本発明においてクロスリンカーとして有用な適当なアリル置換芳香族化合物は、1またはそれ以上のアリル置換基を含むものである(すなわち、芳香族化合物は1またはそれ以上の環の位置でアルキレン基のアリル炭素で置換されている)。適当なアリル芳香族化合物としては、アリルフェニル化合物、たとえば、アリルフェノールが挙げられる。アリルフェノールクロスリンカーは、1またはそれ以上のフェノール単位を含むモノマーまたはポリマーであり、該フェノール単位は1またはそれ以上の環の位置でアルキレン基のアリル炭素により置換されている。典型的には、アルキレン置換基は、プロペニルであり、すなわち、フェノールは1またはそれ以上のプロペニル置換基を有する。好ましいアリルフェノールとしては、フェノールおよびヒドロキシベンズアルデヒドおよびアリルハライド、たとえばアリルクロライドの重縮合物が挙げられる。多数の適当なアリルフェノールが商業的に入手可能であり、たとえば、Kennedy and Klim, Inc. (Little Silver, N.J.) からTHERMAX SH-150ARの商品名で販売されているアリルフェノールである。アリルフェノールをはじめとするアリルフェニル化合物は、米国特許第4987264号に記載され、これは、このような化合物の調製について記載している限りにおいて本発明の一部として参照される。

【0045】

特に適当な有機架橋剤としては、1またはそれ以上のメトキシメチル基を含むもの、たとえば、メトキシメチル置換メラミンおよびメトキシメチル置換グリコールウリルが挙げられる。ヘキサメトキシメチルメラミンは好ましいメトキシメチル置換メラミンである。有機架橋剤の1またはそれ以上の水素、より好ましくは、メトキシメチル置換基における1またはそれ以上のメチル水素がハロゲン、好ましくはフッ素で置換されているのが好ましい。したがって、好ましいクロスリンカーとしては、1またはそれ以上のメトキシフルオロメチルおよび/またはメトキシジフルオロメチル置換基を含むものが挙げられる。好ましいフッ素化架橋剤の例としては、メトキシフルオロメチル-およびメトキシジフルオロメチル-置換メラミンおよびグリコールウリル、たとえば、ヘキサメトキシフルオロメチルメラミンおよびヘキサメトキシジフルオロメチルメラミンが挙げられる。フッ素化工ポキシ架橋剤も適当である。ある種の用途については、架橋剤がフッ素化されているのが好ましい。

【0046】

本発明の組成物は1種類の有機クロスリンカーのみ、たとえば、1つのアミン含有クロスリンカーを含んでもよいし、または2またはそれ以上の異なるクロスリンカーを含んでもよい。有機クロスリンカーの組合せが本発明において用いられる場合、この組合せはアミン含有化合物およびエポキシ含有化合物を含むのが好ましい。本発明の組成物中の有機クロスリンカーの濃度は、比較的広範囲に及ぶ。当業者らは、適当なクロスリンカー濃度は、クロスリンカーの反応性および組成物の具体的な用途などのファクターにより変わることを理解できるであろう。典型的には、架橋剤は、組成物の全重量に基づいて0.1重量%~80重量%の範囲の量において、好ましくは0.5%~50%、より好ましくは1%

10

20

30

40

50

～25%において存在する。架橋剤を本発明の組成物において用いるのが好ましい。

【0047】

したがって、本発明はさらに、重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシリセスキオキサンオリゴマー；1またはそれ以上の有機架橋剤；および光活性成分を含み、該シリセスキオキサンオリゴマーの溶解度が化学線で露光することにより変更される、フォトディファイナブル組成物を提供する。

【0048】

本発明の組成物において所望により存在してもよい他の添加剤としては、これに限定されないが：染料、たとえば、Ciba-Geigyから入手可能なORASOL BLUE、レベリング剤、フィラー、顔料、湿潤剤、消泡剤、接着促進剤、チキソトロープ剤、難燃剤などが挙げられる。このような添加剤は、コーティング組成物の分野においてはよく知られている。2以上の添加剤を本発明の組成物において組み合わせることは理解できるであろう。たとえば、湿潤剤をチキソトロープ剤と組み合わせることができる。適当なフィラーおよびチキソトロープ剤としては、シリカ、ヒュームドシリカ、タルクなどが挙げられる。適当な湿潤剤としては、シリコン系試薬、たとえば、Dowから入手可能なSILWETが挙げられる。このような任意の添加剤はさまざまな供給源から商業的に入手可能である。本発明の組成物において用いられるこのような任意の添加剤の量は、当業者によって決められる。

【0049】

本発明の組成物は、任意に1またはそれ以上の溶剤を含んでもよい。このような溶剤は、本発明の組成物の配合および本発明の組成物の基体上へのコーティングを助ける。広範囲におよぶ溶剤を用いることができる。適当な溶剤としては、これに限定されないが、グリコールエーテル、たとえば、エチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、メチルセロソルブアセテート、エチルセロソルブアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、二塩基性エステルなどのエステル、カーボネート、たとえば、プロピレンカーボネート、-ブチロラクトン、エステル、たとえば、エチルラクテート、n-アミルアセテートおよびn-ブチルアセテート、アルコール、たとえば、n-プロパノール、iso-プロパノール、ケトン、たとえば、シクロヘキサン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトンおよび2-ヘプタノン、ラクトン、たとえば、-ブチロラクトンおよび-カプロラクトン、エーテル、たとえば、ジフェニルエーテルおよびアニソール、炭化水素、たとえば、メシチレン、トルエンおよびキシレン、ならびに複素環式化合物、たとえば、N-メチル-2-ピロリドン、N,N'-ジメチルプロピレン尿素、またはその混合物が挙げられる。

【0050】

本発明のフォトディファイナブル組成物は、シリセスキオキサンオリゴマー、光活性成分、任意の溶剤、任意の1またはそれ以上の有機架橋剤および任意の添加剤を任意の順序で組み合わせることにより調製することができる。

【0051】

本発明のフォトディファイナブル組成物は、光ウェーブガイドの製造において使用するのに特に適している。「光ウェーブガイド」とは、光を二次元基体表面にわたって伝達する任意の装置を意味する。適当な光ウェーブガイドとしては、これに限定されないが、スプリッター、カップラー、スペクトルフィルター、ポーラライザー、アイソレーター、波長分割多重構造などが挙げられる。このようなウェーブガイドはさらに、活性機能、たとえば、増幅およびスイッチング、たとえば、電気-光、熱-光または音-光装置などを含んでもよい。増幅器として有用にするために、本発明のウェーブガイドは典型的には1またはそれ以上のドーパント(dopant)を含む。エルビウムがドーパントの例である。このようなドーパントは、当該分野においてよく知られている。したがって、増幅器として適当な本発明のウェーブガイドは1またはそれ以上のドーパントを含む。

10

20

30

40

50

【0052】

本発明のウェーブガイドは、個々のウェーブガイドまたはウェーブガイドのアレイとして製造することができる。このようなウェーブガイドをアレイとして調製するかどうかは具体的な用途によって決まり、当業者が決定できる。

【0053】

本発明の利点は、本発明の組成物を直接イメージ化することによりウェーブガイドを調製できることである。したがって、本発明は、a) 重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシフェニル($C_1 - C_5$)アルキルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンオリゴマー；および光活性成分を含むフォトディファイナブル組成物の層を基体上に堆積させる段階；およびb) 該組成物を化学線で露光して光ウェーブガイドを形成する段階を含む、光ウェーブガイドの製造法を提供する。別の例において、本発明は、a) 重合単位として式($RSiO_{1.5}$) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンオリゴマー；1またはそれ以上の架橋剤；および光活性成分を含むフォトディファイナブル組成物の層を基体上に堆積させる段階；およびb) 該組成物を化学線で露光して光ウェーブガイドを形成する段階を含む、光ウェーブガイドの製造法を提供する。

10

【0054】

本発明の組成物は典型的には、まず、これに限定されないが、スクリーンコーティング(またはスクリーンプリンティング)、カーテンコーティング、ローラーコーティング、スロットコーティング、スピンドルコーティング、フラッドコーティング、静電スプレー、スプレーコーティング、ディップコーティングをはじめとする任意の手段により基体上に層として、または乾燥フィルムとして堆積させる。本発明の組成物がスプレーコートされる場合、加熱されたスプレーガンを所望により用いてもよい。該組成物の粘度は、粘度改良剤、チキソトローブ剤、フィラー等により各施用法の要件に合うように調節することができる。ウェーブガイドを支持するのに適した任意の基体を本発明の組成物に関して用いることができる。適当な基体としては、これに限定されないが、プリント配線板および集積回路などの電子デバイスの製造において用いられる基体が挙げられる。特に適した基体は、銅クラッド板のラミネート表面および銅表面、プリント配線板内層および外層、集積回路の製造において用いられるウェハ、液晶ディスプレー(「LCD」)ガラス基体などが挙げられる。

20

【0055】

コートされた基体は典型的にはその後ベーキングなどにより硬化させて、溶剤を除去する。このような硬化は、選択された溶剤によってさまざまな温度であってよい。適当な温度は、存在する任意の溶剤を実質的に除去するのに十分なものである。典型的には、硬化は室温(すなわち、25)から170までの任意の温度であってよい。このような硬化は、典型的には5秒から30分の間で起こる。このような硬化は、オープンまたはホットプレート中基体を加熱することにより行われることができる。

30

【0056】

硬化後、基体上に堆積された本発明の組成物の層を、次に適当なアートワークまたはマスクを介して化学線で露光することによりイメージ化する。露光後、組成物を40～170の温度で硬化させる。硬化時間はさまざまであるが、一般に約30秒から1時間である。理論に限定されることを意図しないが、化学線で露光することにより、シルセスキオキサンオリゴマーは架橋し、特に光学架橋剤と架橋すると考えられる。露光部分は未露光部分よりも溶解性が低くなる。したがって、未露光部分を、たとえば、適当な溶剤、水性現像液または溶剤-水混合物と接触させることにより除去し、露光部分だけが基体上に残る。適当な水性現像液としては、水中アルカリ金属水酸化物、たとえば、水酸化ナトリウムおよびカリウムならびに水中テトラアルキルアンモニウムヒドロキシドが挙げられる。このような現像液は、典型的には、水中0.1～0.3Nで用いられ、たとえば、0.15～0.26Nの濃度のテトラメチルアンモニウムヒドロキシドが用いられる。当業者ら

40

50

は現像液を選択できる。このような現像は、さまざまな温度、たとえば、室温から約100 であってよい。このような現像の時間は、除去される物質および用いられる温度によって変わるが、一般に約10秒から約1時間である。

【0057】

現像後、本発明のウェーブガイドは最終硬化段階、またはリフロー段階に供される。このような最終硬化段階において、ウェーブガイドは、空気または不活性雰囲気、たとえば窒素またはアルゴン中、約130 ~ 225 の温度で加熱することができる。このような最終硬化段階は、架橋剤の量を増加させることによるなどして残存する溶剤の除去、シルセスキオキサンポリマーからのヒドロキシル基の除去を助け、たとえば表面粗さを低下させるためにウェーブガイド特性を変更し、物質の光伝達性を向上させる。

10

【0058】

光ウェーブガイドは典型的にはコアおよびクラッディングを有し、該クラッディングは該コアと比べて低い屈折率を有する。特に有用なウェーブガイドは、1.4 ~ 1.55 の屈折率を有するコアを有する。典型的には、適当なクラッディングは1.3 ~ 1.54 の屈折率を有する。

【0059】

クラッディング層をまず基体上に堆積させるのが好ましい。クラッディング層が光硬化性または熱硬化性であるならば、これは第一段階としてプランケット硬化させることができる。フォトディファイナブルコア物質をその後クラッディング層上に堆積させ、イメージ化させ、未露光部分を所望により除去してもよい。第二のクラッディング層をイメージ化されたウェーブガイド上に堆積させる。第二のクラッディング層は第一クラッディング層と同一であってもよいし、異なっていてもよい。しかしながら、第一および第二クラッディング層の屈折率は同じでなければならない。第二のクラッディング層を次に硬化させるか、または光硬化性クラッディング組成物の場合にはイメージ化させて、ウェーブガイド構造を得る。

20

【0060】

本発明のシルセスキオキサンオリゴマーおよびポリマーは、本発明の光ウェーブガイドのクラッディングおよび/またはコアにおいて用いるのに適している。好ましくは、本発明のフォトディファイナブル組成物は、光ウェーブガイドのコアを調製するために用いることができる。本発明のシルセスキオキサンオリゴマーおよび1またはそれ以上の有機架橋剤を含むフォトディファイナブル組成物の屈折率は、選択された1またはそれ以上の架橋剤および/または光活性成分の量および種類を変えることにより変えることができる。したがって、本発明の組成物は、選択された架橋剤の種類および量によって、コアまたはクラッディング物質として有用である。

30

【0061】

本発明の光ウェーブガイドはさまざまな波長で優れた透明度を有する。したがって、本発明の光ウェーブガイドは、0.83から0.85、1.35および1.55ミクロン波長で用いることができる。本発明の光ウェーブガイドは、他の波長でも有利に用いることができることは理解できるであろう。シルセスキオキサンポリマーのヒドロキシル含量が高いならば、ウェーブガイドは0.83から0.85ミクロンの波長で用いるのが好ましい。したがって、本発明の光ウェーブガイドは電気通信用途において使用するのに特に適している。

40

【0062】

したがって、本発明はさらに、コアおよびクラッディングの少なくとも1つが重合単位として式(RSiO_{1.5}) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシフェニル(C₁-C₅)アルキルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンポリマーを含む、コアおよびクラッディングを含む光ウェーブガイドを提供する。もう一つの例において、本発明は、コアおよびクラッディングの少なくとも1つが重合単位として式(RSiO_{1.5}) (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される)のモノマーを含むシルセスキオキサンポリマー；および1またはそれ以上の有機架

50

橋剤を含む、コアおよびクラッディングを含む光ウェーブガイドを提供する。

【0063】

本発明のウェーブガイドはさまざまな用途、特にプリント配線板、集積回路、インターフェースなどの電子デバイスの製造において用いることができる。したがって、本発明は、コアおよびクラッディングの少なくとも一つが、重合単位として式($R SiO_{1.5})_n$ (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシフェニル(C_1-C_5)アルキルから選択され、nは0より大きい)のシルセスキオキサンオリゴマーを含む、コアおよびクラッディングを含む1またはそれ以上のウェーブガイドを含む電子デバイスを提供する。さらにもう一つの例において、本発明は、コアおよびクラッディングを含む1以上のウェーブガイドを含み、コアおよびクラッディングの少なくとも一つが重合単位として式($R SiO_{1.5})_n$ (式中、Rは、ヒドロキシフェニルまたはヒドロキシベンジルから選択される、nは0よりも大きい)のシルセスキオキサンオリゴマー；および架橋剤を含む電子デバイスを提供する。

【0064】

以下の実施例は、本発明のさまざまな態様をさらに説明することを意図するものであって、本発明のどの態様も限定するものではない。

【0065】

実施例1

21.0部のプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート中に、10.5部のヒドロキシベンジルシルセスキオキサン、架橋剤として3.0部のヘキサメチロールメチルメラミン、光活性成分として1.0部のトリフェニルスルホニウムヘキサフルオロホスフェート、0.06部のシロキサン潤滑剤および1.0部のビスフェノールAエトキシリ化ジエポキシドを添加する。

【0066】

組成物を酸化珪素ウェハ上8 μm の厚さにスピンドルコートした。オープン中、90で30分間ソフトベーリングすることにより溶剤を除去した。ハロゲン水銀ランプを用いて、マスクを介して組成物を露光した(1000mJ)。ウェハを次に100で30分間ベーリングした。ウェハをその後0.26N水性テトラメチルアンモニウムヒドロキシド中に、室温で30秒間浸漬した。ウェハをその後リーンスし、乾燥させ、150で1時間熱硬化させて、ウェーブガイド構造を得た。ウェーブガイドの屈折率は、1.550ミクロンで1.5710±0.0002であった。

【0067】

実施例2

重合単位として4-ヒドロキシベンジルシルセスキオキサンモノマーを含み、分子量が約5000である10部のシルセスキオキサンオリゴマー、4部のCYMEL303の商標で販売されているメラミン架橋剤、1部のトリフェニルスルホニウムヘキサフルオロホスフェートおよび28部のエチルラクテートを組み合わせることにより、フォトディファイナブル組成物を調製した。組成物を未処理の6インチ(約15cm)シリコンウェハ上に420rpmでスピンドルコートして、0.3milの厚さのコーティングを得た。コーティングを次にTamarack平行光源、365nmのアウトプット1000mJの感光性ポリマーバルブの石英ガラスフォトツールを介して露光した。露光後、コーティングを90で30分間ベーリングした。ベーリング後、0.14N水性水酸化ナトリウムを用いて露光したコーティングを現像し、光ウェーブガイドを得た。

【0068】

実施例3

架橋剤の量を変える以外は、実施例1の手順を繰り返した。さまざまな波長でのサンプルの屈折率(「RI」)を測定した。結果を表1に記載する。

【0069】

【表1】

表 1

架橋剤(%)	RI(0.633 μm)	RI(0.78 μm)	RI(1.55 μm)	
1.7	1.5907	1.5823	1.5710	
3.7	1.5912	1.5829	1.5712	
7.1	1.5934	1.5849	1.5724	
13.3	1.5959	1.5872	1.5745	10

前記データから、本発明の組成物中の架橋剤の量が増加するにつれ、物質の屈折率も増加することは明らかである。

【0070】

実施例4

光活性成分の量を変える以外は、実施例1を繰り返した。さまざまな波長でのサンプルの屈折率(「RI」)を測定した。結果を表2に示す。

【0071】

【表2】

20

表 2

光活性成分(%)	RI(0.633 μm)	RI(0.78 μm)	RI(1.55 μm)
7.1	1.5934	1.5849	1.5724
13.3	1.5976	1.5889	1.5767

前記データから、本発明の組成物中の光活性成分の量が増大するにつれ、物質の屈折率も増加することは明らかである。

30

フロントページの続き

(72)発明者 ジェームズ・ジー・シェルナット

アメリカ合衆国マサチューセッツ州01532, ノースボロ, バブコック・ドライブ・5

(72)発明者 マシュー・エル・モイナイハン

アメリカ合衆国マサチューセッツ州01564, ステアリング, ブルーベリー・レーン・3

(72)発明者 ジョージ・ジー・パークレー

アメリカ合衆国マサチューセッツ州01522, ジェファーソン, メイン・ストリート・1566

(72)発明者 ダナ・エー・グロンベック

アメリカ合衆国マサチューセッツ州01746, ホリストン, カレン・サークル・154

審査官 吉備永 秀彦

(56)参考文献 特開平11-352348 (JP, A)

米国特許第06087064 (US, A)

特開平09-087391 (JP, A)

特開平08-160605 (JP, A)

特開平04-247406 (JP, A)

特開平03-006503 (JP, A)

特開2000-187125 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G02B 6/00- 6/44

C08G 77/00- 77/62

C08L 1/00-101/16

C08K 3/00- 13/08

CA/REGISTRY(STN)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)