

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-164929

(43)公開日 平成 5 年(1993) 6 月29日

(51)Int.Cl.⁵

G 0 2 B 6/12

識別記号

庁内整理番号

M 7036-2K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 5 頁)

(21)出願番号

特願平3-352859

(22)出願日

平成 3 年(1991)12月17日

(71)出願人 000004226

日本電信電話株式会社

東京都千代田区内幸町一丁目 1 番 6 号

(72)発明者 丸尾 容子

東京都千代田区内幸町 1 丁目 1 番 6 号 日

本電信電話株式会社内

(72)発明者 佐々木 重邦

東京都千代田区内幸町 1 丁目 1 番 6 号 日

本電信電話株式会社内

(72)発明者 松浦 徹

東京都千代田区内幸町 1 丁目 1 番 6 号 日

本電信電話株式会社内

(74)代理人 弁理士 中本 宏 (外 2 名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリイミド光導波路の作製方法

(57)【要約】

【目的】 光導波路の他の製造工程とマッチングのとれる、膜厚を精密に制御したポリイミドコア層を有するポリイミド光導波路のドライな作製方法を提供する。

【構成】 コア層を蒸着重合法で作製する、コア層がポリイミドからなるポリイミド光導波路の作製方法。コア層の形成は、真空蒸着重合装置で行うのが好適である。重合は通常ジアミンと酸二無水物との反応で行う。基板上での膜成長で反応を行うが、成長後の膜がポリアミド酸の場合には、引続き基板を加熱してポリイミド化を行う。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 コア層がポリイミドからなるポリイミド光導波路の作製方法において、コア層を蒸着重合法で作製することを特徴とするポリイミド光導波路の作製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、光導波路の作製方法に関し、特に耐熱性に優れ、かつ膜厚精度に優れたプラスチック光導波路の作製方法及びドライな製法を用いるプラスチック光導波路の作製方法に関する。

【0002】

【従来の技術】低損失光ファイバの開発による光通信システムの実用化に伴い、種々の光通信用部品の開発が望まれている。またこれらの光部品を高密度に実装する光配線技術、特に光導波路技術の確立が望まれている。一般に光導波路には、①光損失が小さい、②製造が容易、③コア層とクラッド層の屈折率差を制御できる、④耐熱性に優れている、等の条件が要求されている。光損失が小さい光導波路としては石英系が主に検討されている。光ファイバで実証済みのように石英は光透過性が極めて良好であるため導波路とした場合も波長 $1.3 \mu\text{m}$ において 0.1 dB/cm 以下の低損失化が達成されている。しかし石英系光導波路の作製時には 1000°C 以上の高温の行程が必要であるため、光導波路を形成する基板が限定され、また光部品を搭載した後には形成できないなどの問題がある。これに対してポリメチルメタクレレート (PMMA) などのプラスチック光導波路は、低い温度で導波路形成が可能である。しかし PMMA の場合、反面、耐熱性 (ハンダ耐熱性) に劣る、長波長で十分な光の低損失化が達成されていない、などの欠点がある。プラスチックの中で最も耐熱性に優れているポリイミドはこれまでに宇宙・航空分野や電子通信分野を中心に使われている。ポリイミドは耐熱性に優れているが、ポリイミド特有の褐色を呈するため、これまで光関係への適用はあまり検討されていない。本発明者らは光関係への適用を狙いとして無色透明なポリイミドを開発した〔松浦 徹ほか、マクロモレキュール (Macromolecules)、第 24 巻、第 18 号、第 5001 頁 (1991)〕。またこのポリイミドを用いて低光損失なポリイミド光導波路を得ることができた (特願平 2 - 110500 号)。ポリイミド光導波路の一般的な作製方法は、以下の通りである。ポリアミド酸溶液又はポリイミド溶液を例えばスピンコート法で塗布し、加熱して溶媒を揮発させることによりポリイミド薄膜を作製し、種々のプロセスを経てポリイミド導波路を得る。ジャーナル オブ ライトウェーブ テクノロジー (Journal of Light wave Technology)、第 6 巻、第 6 号、第 1034 頁 (1988) でラビセルバラジ (Ravi Selvaraj) らが報告しているポリイミド光導波路の作製方法も同様で、

ポリアミド酸溶液をスピンコートし、加熱してポリイミド薄膜を作製する方法である。これまでポリイミド導波路の報告はあまりないが、既報の作製方法はすべてポリアミド酸溶液又はポリイミド溶液を用い、これをスピンコート法などを用いてポリイミド薄膜を作製する工程を含んでいる。この工程は簡易にポリイミド薄膜を作製できる長所があるが、重量%で $80 \sim 90\%$ の溶媒を揮発させるため、膜厚の制御が難しいという欠点があり、光部品の種類によっては光導波路との接続を行う上で導波路の膜厚を精度よく制御する必要が生じ、ポリアミド酸又はポリイミド溶液を用いる方法ではこの要求に応えられないという問題点があった。またこの工程は有機溶媒を使用し、真空中で行うことが不可能な、いわゆるウェットな工程であるため、導波路作製のために必要な他のドライな工程とのマッチングが悪いという欠点があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】このように従来のポリイミド導波路の作製方法では、ポリイミド薄膜の厚さを精密に制御することが難しく、例えばコア層の膜厚の制御が困難であった。本発明はかかる実情にかんがみ、膜厚を精密に制御したポリイミドコア層を有するポリイミド光導波路を提供することを目的とする。また従来のポリイミド導波路の作製法ではウェットな方法であるため、例えばこの工程においては部品全体を真空槽外に運びだし、有機溶媒に接触させる必要があった。本発明は光導波路の他の製造工程とマッチングのとれるドライな製法で作製したポリイミドコア層を有するポリイミド光導波路を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明を概説すれば、本発明はポリイミド光導波路の作製方法に関する発明であって、コア層がポリイミドからなるポリイミド光導波路の作製方法において、コア層を蒸着重合法で作製することを特徴とする。

【0005】本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を行った結果、本発明を完成するに至った。

【0006】本発明のポリイミド光導波路の構造は、一般に製造されているすべての光導波路と同様でよく、例えばファイバ型、平面型、リッジ型、レンズ型、埋め込み型等がある。コア層はポリイミドである必要があるが、クラッド層はポリイミドに限らず、種々のものを使用できる。例えば空気をクラッドに用いてもよい。また導波路のモードはマルチでもシングルでもよい。

【0007】コア層として使用するポリイミドは、すべてのポリイミドが使用できる。特願平 2 - 110500 号明細書 {ポリイミド系光導波路} に記載されているポリイミドはもちろんのこと、これまでに開発されたすべてのイミド環を有するポリイミド、更に本発明者らが最近開発した特願平 3 - 235020 号明細書に示される

全フッ素化ポリイミド、また今後開発される可能性のあるポリイミドでもすべて使用できる。また三つ以上のモノマーを用いたポリイミド共重合体も使用できる。

【0008】コア層の形成に当っては真空蒸着重合装置を用いる方法が好適である。真空蒸着重合装置の構成例は最も基本的なものとして図1が挙げられる。符号1はポリイミドモノマーの蒸発源をるつぼ内に充てんしたエヒュージョンセル、符号2はセルからのポリイミドモノマービームをオンオフするためのシャッター、符号3は加熱、冷却機構を内蔵した基板ホルダ、符号4はポリイミド

を作製するための基板、符号5は基板用のシャッター、符号6はポリイミドモノマーの蒸着速度をモニタするための膜厚モニタ、符号7は装置内を真空に引くためのポンプ類である。図1の構成例は一般的なポリイミドモノマーに対するものであって、真空中で非常に高い蒸気圧を持つなどの特殊なモノマーに対しては、エヒュージョンセルにバルブをつけるなどの改造を行って対応ができる。またポリイミドの共重合体を作製する場合はモノマーの数に対応するエヒュージョンセルを用意することで対応ができる。

【0009】真空蒸着重合法によるポリイミドコア層の一般的な作製法を以下に示す。膜厚モニタで蒸着速度をモニタしながらエヒュージョンセルの温度を徐々に上昇する。またエヒュージョンセル温度の上昇と同時に基板を加熱又は冷却して所定の温度にする。モノマー（酸二無水物及びジアミン）の蒸着速度比がポリイミドを作製するために最適な、あらかじめ求めておいた値になるように両エヒュージョンセルの温度を調節する。成長はエヒュージョンセル前面のシャッターを開き続いて基板前面のシャッターを開くことで開始される。両モノマーは基板上で反応しポリアミド酸若しくはポリイミドとなる。未反応のモノマーは再蒸発する。成長膜厚は膜厚モニタでモニタを行い、所望の膜厚になったら3枚のシャッターを閉じて成長を停止する。成長後の膜がポリアミド酸である場合は引き続き基板の加熱を行い、イミド化を行う。このようにしてポリイミド薄膜を作製する。

【0010】使用できるポリイミドモノマーは通常は固体のジアミンと酸二無水物であるが、液体を含めたその他のポリイミド重合用モノマーも使用できる。ジアミンと酸二無水物は、コア層に使用できるポリイミドとして

先に記述したポリイミドの合成原料となるジアミンと酸二無水物はすべて使用できる。

【0011】コア層の厚さは、種々設定できるが、導波路の使用法により種々設定することが可能である。

【0012】リッジ型光導波路の作製方法について図2を参照しつつ説明する。すなわち図2は本発明によるリッジ型光導波路の作製方法の一例を示す工程図であって、符号11は基板、符号12は下部クラッド層、符号13はポリイミドコア層、符号14はアルミニウム層、符号15はレジスト層を意味する。シリコン等の基板1

1の上に作製した下部クラッド層12の上に蒸着重合法によりポリイミドのコア層を作製する。次に蒸着により、アルミニウム層14をつけた後レジスト塗布、プリベーク、露光、現像、ポストベークを行いパターンニングされたレジスト層15を得る。アルミニウムをウェットエッチングにより除去した後、ポリイミドをドライエッチングにより除去する。最後に残ったアルミニウム層14をウェットエッチングで除去し、光導波路を得る。このようにしてコア層が蒸着重合法で作製されたポリイミドであるリッジ型光導波路が得られる。

【0013】

【実施例】以下いくつかの実施例を用いて本発明を詳しく説明する。なお、本発明によれば種々のポリイミド、また光導波路構造により数限りないポリイミド光導波路が得られることは明らかであり、本発明はこれらの実施例にのみ限定されるものではない。特に光導波路構造として本実施例では平面型とリッジ型を示しているが、上部クラッドを作製することにより埋め込み型も容易に作製できることは明らかである。

【0014】実施例1

真空蒸着重合装置のエヒュージョンセルにポリイミドモノマーである4,4'-オキシジアニリン(ODA)とピロメリット酸二無水物(PMDA)を充てんし、表面が酸化シリコン層で覆われたシリコンウェハを基板ホルダに装着し真空引きを行った。10⁻⁶ Torr以下の真空度に達したら、基板温度を室温に維持し、ODAとPMDAの蒸着速度比が等しくなるようにエヒュージョンセルを加熱する。等しい蒸着速度比を得た時点でシャッターを開き成長を開始し、膜厚が8 μmになるように成長時間を設定して真空蒸着を行った。基板表面に作製された膜はポリアミド酸薄膜であるので、その後300に加熱しイミド化を行った。このようにして下部クラッド層が酸化シリコン層、コア層がPMDA-ODA真空蒸着重合ポリイミド、上部クラッド層が空気層の最も単純な平面型光導波路が得られた。この光導波路のコア層の膜厚を測定した結果、光導波路面内の膜厚は8.00 ± 0.08 μmの範囲内であった。

【0015】実施例2

実施例1において作製したコア層がPMDA-ODAポリイミド薄膜の平面導波路に、アルミニウムを引続き真空蒸着した。その後レジストを塗布し、プリベーク、露光、現像、ポストベークを行いパターンニングされたレジスト層を得た。アルミニウムをウェットエッチングにより除去した後、ポリイミドをドライエッチングにより除去した。最後に残ったアルミニウム層をウェットエッチングで除去し、導波路幅8 μmで下部クラッド層が酸化シリコン層、コア層が真空蒸着で作製されたPMDA-ODAポリイミド、上部クラッドが空気層であるリッジ型光導波路を得た。この、長さ1インチ、幅8 μmの光導波路のコア層の膜厚を測定した結果8.00 ± 0.

0.8 μmの範囲内であった。

【0016】実施例3～10

実施例1におけるポリイミドモノマーであるPMDA、ODAを表1に示す酸二無水物、ジアミンに変えて膜厚が8 μmとなるよう蒸着速度、蒸着時間を設定して、実*

* 実施例1と同様に平面型光導波路を得た。コア層の膜厚を測定した結果を表1に示す。

【0017】

【表1】

表1 ポリイミド組成と膜厚

実施例	酸無水物	ジアミン	膜厚/μm
実施例3	PMDA	TFDB	8.00±0.08
実施例4	6FDA	TFDB	8.00±0.08
実施例5	6FDA	4FMPD	8.00±0.08
実施例6	6FDA	8FODA	8.00±0.08
実施例7	10FEDA	4FMPD	8.00±0.08
実施例8	10FEDA	8FODA	8.00±0.08
実施例9	P2FDA	8FODA	8.00±0.08
実施例10	P2FDA	TFDB	8.00±0.08

【0018】TFDB：2,2'-ビス-トリフルオロメチル-4,4'-ジアミノビフェニル

6FDA：2,2'-ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン二無水物

4FMPD：テトラフルオロ-m-フェニレンジアミン
8FODA：ビス(2,3,5,6-テトラフルオロ-4-アミノフェニル)エーテル

10FEDA：1,4-ビス(3,4-ジカルボキシトリフルオロフェノキシ)テトラフルオロベンゼン二無水物

P2FDA：1,4-ジフルオロピロメリット酸二無水物

【0019】実施例11～17

実施例3～10において作製した平面型光導波路を実施例2と同様の方法により作製し、リッジ型光導波路を得た。長さ1インチ、幅8 μmのコア層の膜厚を測定した結果膜厚はすべて8.00±0.08 μmの範囲内であった。

【0020】比較例1

表面が酸化シリコン層で覆われたシリコンウェハ上にジアミンとしてTFDB、酸二無水物として6FDAを用いて作製したポリイミド前駆体のポリアミド酸の15w

t%N、N-ジメチルアセトアミド溶液を加熱後の膜厚が10 μmになるようにスピンコート法により塗布した後、350℃で熱処理をした。このようにして下部クラッド層が酸化シリコン層、コア層が6FDA-TFDBポリイミドの平面型光導波路が得られた。この光導波路のコア層の膜厚を測定した結果、光導波路面内の膜厚は10.0±0.4 μmであった。

【0021】

【発明の効果】本発明によれば従来のポリイミド導波路の作製法では不可能であった、有機溶媒を使用せず真空中で行えるドライな方法で厚さを精密に制御したポリイミドコア層を持つ光導波路を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

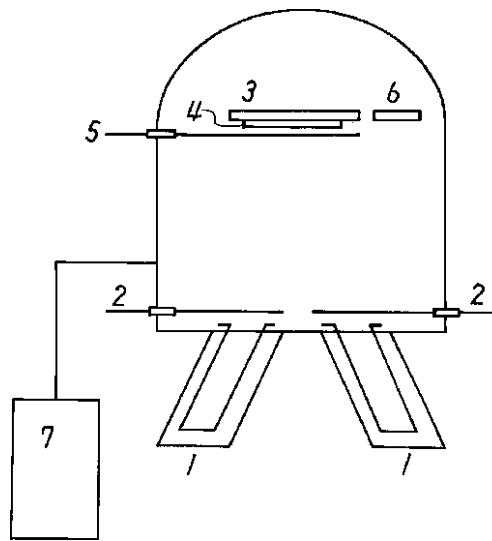
【図1】本発明による真空蒸着重合法に用いる装置の構成例を示す装置図である。

【図2】リッジ型光導波路の作製方法の一例を示す工程図である。

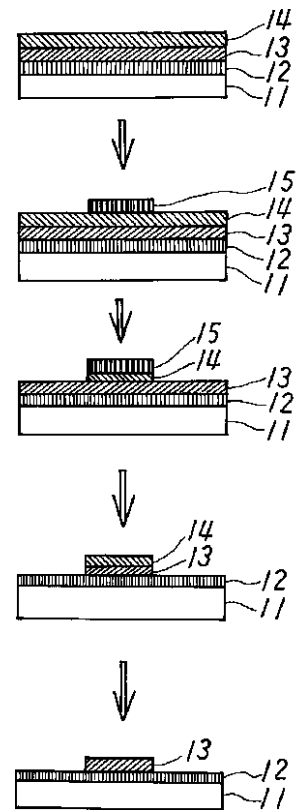
【符号の説明】

1：エヒュージョンセル、2：シャッタ、3：基板ホルダ、4：基板、5：シャッタ、6：膜厚モニタ、7：真空ポンプ、11：基板、12：下部クラッド層、13：コア層、14：アルミニウム層、15：レジスト層

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 安藤 慎治
 東京都千代田区内幸町 1 丁目 1 番 6 号 日
 本電信電話株式会社内