(19)日本国特許庁(JP) (12) 特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第3501235号

(P3501235)

(45)発行日	王 平成16年3月2日(2004.3.2)		(24)登録日	平成15年12月12日(2003.12.12)
(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	ΓI		
G 0 2 B	5/30	G 0 2 B	5/30	
	6/126	G 0 2 F	1/035	
G 0 2 F	1/035	G 0 2 B	6/12	E

請求項の数9(全24頁)

(21)出願番号	特願平6-39368	(73)特許権者	000004226
			日本電信電話株式会社
(22)出願日	平成6年2月15日(1994.2.15)		東京都千代田区大手町二丁目3番1号
		(72)発明者	安藤 慎治
(65)公開番号	特開平7-92326		東京都千代田区内幸町1丁目1番6号
(43)公開日	平成7年4月7日(1995.4.7)		日本電信電話株式会社内
審査請求日	平成10年10月14日(1998.10.14)	(72)発明者	澤田孝
審判番号	不服2002-17822(P2002-17822/J1)		東京都千代田区内幸町1丁目1番6号
審判請求日	平成14年9月17日(2002.9.17)		日本電信電話株式会社内
(31)優先権主張番号	特願平5-130127	(74)代理人	100121670
(32)優先日	平成5年5月7日(1993.5.7)		弁理士 入戸野 巧 (外1名)
(33)優先権主張国	日本(JP)		
		合議体	
		審判長	鹿股 俊雄
		審判官	谷山 稔男
		審判官	末政 清滋
			最終百に続く

(54) 【発明の名称】 導波型光デバイス

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に作製された光導波路により構成 される導波型光デバイスにおいて、

1

前記光導波路の長手方向に対して垂直<u>に</u>した状態<u>で前</u>記 導波路に光波長板が挿入<u>され</u>ており、

前記光波長板は、ポリイミド膜により構成されており、 前記ポリイミド膜は面内複屈折が0.03より大きく、 かつ膜厚が20μm以下であり、

前記膜厚と前記面内複屈折の積が、長距離の光通信伝送から構成されるマッハツェンダー干渉計であり、該第1 に用いられる波長の1/2であることを特徴とする導波10の導波路及び第2の導波路のそれぞれの光路の中間点に 型光デバイス。請求項2に記載の偏波変換器が配置されていることを特

【請求項2】 前記導波型光デバイスが1本の光導波路 により構成される偏波変換器であり、前記光波長板は屈 折率の面内異方性と厚さの積が該導波路を伝播する光の 波長の1/2に設定されている1/2波長板であり、前

2

記1/2波長板の光学主軸が導波路基板に対して45度 の角度をなすように、前記光導波路に挿入されているこ とを特徴とする請求項1に記載の導波型光デバイス。

【請求項3】 前記導波型光デバイスが、導波路基板上 に配置された、2本の入力導波路、該入力導波路と接続 された第1の方向性結合器、2本の出力導波路、該出力 導波路と接続された第2の方向性結合器、そして該2つ の方向性結合器を接続する第1の導波路と第2の導波路 から構成されるマッハツェンダー干渉計であり、該第1 の道波路及び第2の道波路のそれぞれの米路の中間点に

請求項2に記載の偏波変換器が配置されていることを特 徴とする請求項1に記載の導波型光デバイス。 【請求項4】 前記導波型光デバイスが、導波路基板上

に配置された、複数の入出力用導波路及び該入出力導波 路と結合した環状導波路から構成されるリング共振器で

あり、水平偏波及び垂直偏波のいずれの入力光に対して も環状導波路の光路長が等しくなるように、該環状導波 路上に1個あるいは2個以上の請求項2に記載の偏波変 換器が配置されていることを特徴とする請求項1に記載 の導波型光デバイス。

【請求項5】 前記導波型光デバイスが、導波路基板上 に順次配置された、1つあるいは複数の入出導波路、第 1のスラブ導波路(入力側)、アレイ導波路、第2のス ラブ導波路(出力側)、そして複数の出力導波路により 構成される、アレイ導波路型回折格子を用いた導波型光 合分波器であり、該アレイ導波路を構成する複数のチャ ンネル導波路の各中間点に請求項2に記載の偏波変換器 が配置されていることを特徴とする請求項1に記載の導 波型光デバイス。

【請求項6】 前記導波型光デバイスが、導波路基板上 に作製された方向性結合器であり、該方向性結合器の中 間点に請求項2に記載の偏波変換器が配置されているこ とを特徴とする請求項1に記載の導波型光デバイス。

【請求項7】 前記導波型光デバイスが、電気光学効果 を有する導波路、該導波路近傍に配置された電極から構 成される光位相変調器であり、該導波路の途中に請求項 2に記載の偏波変換器が1個あるいは2個以上配置され ていることを特徴とする請求項1に記載の導波型光デバ イス。

【請求項8】 前記導波型光デバイスが、非磁性導波路 により構成された第1の2×2偏波ビームスプリッタ、 磁性導波路からなる2本の非相反素子、第2の2×2偏 波ビームスプリッタから構成されており、該2本の非相 反素子と該第2の2×2偏波ビームスプリッタの間に、 前記1/2波長板が、該1/2波長板の光学主軸が導波 30 路基板に対して22.5度あるいは67.5度の角度を なすように挿入されていることを特徴とする請求項1に 記載の導波型光デバイス。

【請求項9】 請求項1~8のいずれかに記載の導波型 光デバイスが、同一基板上に複数個形成され、光導波路 を介して結合されてなることを特徴とする導波型光デバ イス。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は導波型光デバイスに関 し、特に加工性、耐熱性、経済性に優れ、光導波回路等 に組込んで使用した場合に過剰損失の小さなプラスチッ ク系の光波長板を組込んだ導波型光デバイスに関する。

[0002]

【従来の技術】近年、情報通信の容量拡大と通信コスト の低減化のために、光通信システムの高度化が望まれて いる。そのための方法としては、光波長多重方式や光ク ロスコネクト方式が挙げられる。これらのシステムにお いて、その長距離伝送の部分では従来から用いられてき た光ファイバや、近年研究開発が盛んな光ファイバアン

プが使われ、またノードの部分では、光信号を光のまま 処理する光導波回路が用いられようとしている。これら の新しいシステムは、既に実験室レベルでの動作確認が 行われ、今後の実用化に向けて研究開発が着実に進めら れている。その中で、石英系の光導波路を用いた光導波 回路は、光損失が少なく実用的な光受動部品として期待 されているが、その実用化に当っての最大の問題として 光導波回路の偏波依存性が指摘されている。これは石英 系の光導波路を用いて光導波回路を作製した場合に、光 導波路の複屈折に起因した信号品質の低下(水平偏波成 分と垂直偏波成分との位相ずれ)として現われてくる。 この原因は、石英系の光導波路を作製する際に1000

を超える高温を使用するためであり、基板であるシリ コンと石英導波路の熱膨張率差により生じた残留応力に 起因している。この複屈折を排除するため、光導波路の 上面に非晶質シリコンを装荷し残留応力とは逆方向の応 力を生じさせることによって、複屈折を補償する方法が 知られているが、導波路の作製プロセスとは異なる新た な工程が必要になること、偏波依存性の解消に十分な再 20 現性が得られないことなど問題点もある。一方、高橋ら はアレイ型光導波路グレーティングによる波長多重器に おいて、光路の丁度中間地点に水晶からなる1/2波長 板を挿入することにより、光信号の出射端での水平偏波 成分と垂直偏波成分の位相ずれを補償する方法を開発し た〔高橋浩ほか、オプティックス レターズ (Opt. Let t.)、第17巻、第7号、第499~501頁(199 2)〕。ここで水平偏波成分とは光導波路基板に対して 水平方向の電界を持つ導波光の成分、垂直偏波成分とは 基板に対して垂直方向の電界を持つ導波光の成分を示し ている。また、高橋らは特開平4-241304号公報

において、この方法がマッハツェンダ干渉計、導波型リ ング共振器、導波型方向性結合器、導波型位相変調器の 偏波依存性解消にも有効であることを明らかにしてい る。光波長板の挿入による方法は応力付与膜の装荷に比 べて技術的に容易であり再現性も高いため、光導波回路 の偏波依存性解消に極めて有効である。しかし光波長板 とそれを挿入するために形成した溝の部分では、導波光 が閉じ込められずに放射してしまうため、信号強度が減 衰しその損失が4dBにも上るという問題があった。こ

40 こで示した導波型光デバイスにおける偏波依存性の問題 は、石英系光導波路に限ったものではなく、ニオブ酸リ チウムや酸化チタンのような無機材料、ポリカーボネー ト、ポリイミド、シリコーン樹脂、エポキシ樹脂のよう な有機高分子材料を用いた光導波路においても、それら の複屈折性から問題となる。現在、一般に市販されてい る光波長板は、水晶に代表される無機化合物の単結晶を その複屈折に応じた厚さに研磨することにより作製され ている。単一基板上に作製される導波型光デバイスは、 それ自体が1つの部品として使用されるにとどまらず、 50 他の光導波回路や電気回路と共に同一基板上に組合せ

10

「光電子混載実装配線板」として使用される。これらの 複合光部品の作製工程には約260のハンダ工程や一 時的に300を超える工程が存在するため、使用され るすべての材料に350 程度の耐熱性が要求されてい る。無機単結晶材料は耐熱性、耐湿性、精密加工性に優 れ、安定した光学特性を示すことから、上記の複合光部 品に組込んだ場合も、その高信頼性に寄与することがで きる。但し、1/2波長板あるいは1/4波長板を作製 するためには厚さを数十µmに精密に研磨する必要があ ることから、大量生産ができず高価である。

【0003】光波長板を組込んだ導波型光デバイスを実 用性の高いものとするために最も重要なことは、波長板 挿入に伴う過剰損失を0.5 d B 以下(光量の減少10 %以下)に抑えることである。図1に、光導波路に波長 板を挿入した場合の、端面から放射される光線をガウス ビームと仮定して行った過剰損失のシミュレーション結 果を示す。光波長板の膜厚を20µm以下にした場合 に、過剰損失が0.3dB以下に抑えられることがわか る。しかし、実際には波長板端面でのフレネル反射や散 乱により0.1~0.2dB程度の損失が不可避である ため、波長板挿入に伴う過剰損失を0.5 d B 以下に抑 えるためには、光波長板の膜厚は20µm以下でなくて はならない。ここで、現在長距離の光通信伝送に用いら れている波長(1.3µm、1.55µm)の1/2波 長板を20µm以下の膜厚で作製するためには、最低で も0.03を超える面内複屈折を光波長板の材料が有す る必要がある。水晶の1/2波長板が上述のように大き な過剰損失を引き起こすのは、その厚さが91µmと厚 いためである。これは水晶の複屈折が波長1.3µmに おいて0.0085と小さいことに起因している。複屈 折の大きな材料を用いることにより薄い光波長板の作製 が可能となり、結果として過剰損失の低減が可能とな る。複屈折の大きな無機単結晶材料として水晶以外に、 方解石や酸化チタンが知られており、そのどちらもが水 晶を超える複屈折を持つ。しかし、方解石は原石が高価 であり、また複屈折が1.3µmで0.16と大きいた め1 / 2 波長板の厚さは4 µ mと非常に薄い。方解石は 硬度が低いため(モース硬度:2)、このような厚さに 加工することは非常に困難である。たとえ加工できたと しても取扱いに細心の注意を要する。一方、酸化チタン は屈折率が2.62~2.90と石英や他の光導波路材 料から大きく離れているため、光導波路に挿入した場合 に端面でのフレネル反射による損失が大きく、波長板を 薄くすることの効果が少ない。以上の理由から方解石、 酸化チタンどちらの材料も光導波回路に挿入する目的に は適さない。

【0004】一方、非晶性の高分子であるポリカーボネ ートやポリビニルアルコールのフィルムに延伸処理を施 すことにより面内に複屈折を生じさせることが可能であ り、実際これらの高分子を用いた液晶ディスプレィ用の50 大型位相差板が作製されている。また、ポリスチレン、 セルロース誘導体、ポリ塩化ビニル、ポリプロピレン、 アクリル系重合体、ポリアミド、ポリエステル、エチレ ン - 酢酸ビニル共重合体ケン化物などからなる位相差板 も知られている。しかし、ポリビニルアルコール系、セ ルロース誘導体系のものは耐湿性に、ポリプロピレン系 のものは強じん性に劣り、アクリル系のものはフィルム 状態における機械的強度が低いために延伸処理が難し

 く、ポリカーボネート系のものは耐薬品性に劣るなどの
 問題を有している。また、ポリ塩化ビニル系、ポリスチレン系のものは耐熱性が特に低く、本発明の目的用途に 不適である。比較的高い耐熱性を持つとされるポリアミド系、ポリエステル系においても、導波型光デバイスに必要とされる300 以上の耐熱性を持つものは存在しない。また、これらの有機高分子材料により作製された波長板は、その軟化点(ガラス転移点)以下であっても分子運動の活発化によって複屈折が低下し、波長板としての特性が大幅に低下するという問題点を有している。 結果として、これまでに知られている有機高分子系の材料では、光導波路に組込んで使用することのできる光波長板の作製は困難である。

【0005】本発明者らは既存のプラスチック光学材料 に耐熱性と耐湿性が不足しているとの観点から、これま で光導波路に適用可能なポリイミド光学材料の開発を進 めてきた。既に特開平3-72528号公報、及びマク ロモレキュール誌〔(Macromolecules)、T.松浦ほか、 第24巻、第5001~5頁(1991)及びT.松浦 ほか、第25巻、第3540~5頁(1992)〕にお いて、2,2 - ビス(トリフルオロメチル)-4,

- 30 4 -ジアミノビフェニルをジアミン成分として各種の フッ素化ポリイミドを合成したところ、300 以上の 耐熱性と0.7%以下の低い吸水率を持ち、しかも光透 過性に優れたポリイミドフィルムが得られることを報告 している。また、特開平4-9807号公報において は、該ジアミンと2種類のテトラカルボン酸二無水物を 用いて合成したポリイミドをコア及びクラッドに用いる ことにより、良好な光導波路が形成できることを報告し ている。更には、特開平5-1148号公報において、 光通信波長域(波長1.0~1.7µm)の全域で光の
- 40 吸収ピークを持たず、フッ素化ポリイミドと同等の耐熱 性と低吸水性をもつ全フッ素化ポリイミドを報告してい る。これにより、従来分子構造に固有の吸収ピークがあ るため耐熱性プラスチック材料の使用が困難であった波 長帯においても、損失の非常に小さなプラスチック光学 材料を提供することが可能となった。加えてポリイミド は柔軟性を持つため加工や取扱いが容易なばかりでな く、他の有機高分子材料に比べて強じん性に優れるとい う長所も有している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、無機

⁶

単結晶材料を用いた光波長板については、導波型光デバ イスに組込んで使用するのに適当な複屈折を持つ材料が 無いこと、及び材料の加工のしにくさと高価格の点で、 またプラスチック材料を用いた光波長板については、材 料の耐熱性、耐湿性、機械的強度と面内複屈折の安定性 の点で問題があった。結果として、光導波回路に組込ん で十分な光透過性があり、耐熱性、耐湿性、加工性、機 械的強度を合せ持つと共に、その厚さが20µm以下で ある光波長板は知られていなかった。本発明はこれらの 問題点を解決し、製造と加工が容易で、耐熱性、耐湿 性、柔軟性、機械的強度に優れ、しかも膜厚の薄い光波 長板を組込んだ高性能の導波型光デバイスを提供するこ とを目的としている。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明を概説すれば、本 発明は光波長板を用いた導波型光デバイスに関する発明 であって、ポリイミド膜により構成される波長板であっ て、前記ポリイミド膜は面内複屈折が0.03より大き く、かつ膜厚が20µm以下であり、かつ、前記膜厚と 前記面内複屈折の積が、長距離の光通信伝送に用いられ 20 る光の波長の1/2であることを特徴とする。

【0008】 本発明の第1は、基板上に作製された光 導波路とポリイミド光波長板から構成される導波型光デ バイスに関する発明であって、本発明の第1に用いられ る光波長板が光導波路の長手方向に対して垂直にした状 態で該導波路に挿入されていることを特徴としている。 本発明の第2は、基板上に作製された光導波路と光導波 路の光路の中間点に置かれた偏波変換器から構成される 各種の導波型光デバイスに関する発明であって、ポリイ ミド光波長板からなる偏波変換器により、導波光に含ま れる水平偏波(TE光)を垂直偏波(TM光)に、また 垂直偏波(TM光)を水平偏波(TE光)に変換するこ とにより導波型光デバイスとしての偏波に対する依存性 を無くすことを特徴としている。光路の中間点に1/2 波長板を挿入し水平偏波と垂直偏波を入れ換えることに よって偏波無依存化を達成する点は、前述の特開平4-241304号と原理的に同じであるが、本発明では特 に膜厚が20µm以下のポリイミド光波長板を新たに発 明し、これを導波型光デバイスに適用することによっ て、光波長板の挿入に伴う過剰損失を大幅に低減したこ とに本発明の改良点がある。

【0009】 本発明の第3は、基板上に作製された磁 性導波路と非磁性導波路及びポリイミド光波長板から構 成される新しい型のサーキュレータに関する発明であっ て、光導波路に挿入される波長板が1/2波長板であ り、しかもその光学主軸が導波路基板に対して22.5 度あるいは67.5度の角度をなすように挿入されてい ることを特徴としている。この発明の動作原理も実施例 において詳しく述べるが、1/2波長板は導波光の偏波 方向を45度あるいは135度回転させる目的に使われ 50 ている。最後に本発明の第<u>4</u>は、本発明の第1から第<u>3</u> に示した各種の導波型光デバイスが同一基板上に複数個 形成され、それらが光導波路を介して結合されているこ とを特徴としている。

【0010】ポリイミド膜の面内方向に複屈折を発現さ せる方法については、中川幸一(K.Nakagawa)、ジャ ーナル オブ アプライド ポリマー サイエンス (J.Appl. Polymer Sci.)、第41巻、第2049~

- 58頁(1990)に示されている。これは、ピロメリ ット酸二無水物と4,4 -ジアミノジフェニルエーテ 10 ルから合成されるポリアミド酸のフィルムに引張り応力 をかけながら160 まで熱イミド化し、その後更に3 50 まで熱処理するもので、最大で83%の延伸が可 能であり、30%以上の延伸処理を施した場合に約0. 18(波長0.633µm)と大きな面内複屈折をもつ ポリイミドフィルムが得られている。しかし、ポリイミ ドを光波長板に適用するために必要な複屈折と膜厚の制 御方法については述べられていない。一方、津田らは特 開平4-240420号公報において、液晶パネルに光 学位相差を有する有機高分子層が積層された構造を持つ 液晶表示装置を明らかにしている。その中で光学位相差 を有する有機高分子層として、ポリスチレン、ポリカー ボネートの薄膜と並んで、基板上に製膜しラビング処理 を施したポリイミド薄膜が好適であると述べられてい る。但し、この方法は高分子薄膜に生じさせる光学位相 差が0.01µm程度と非常に小さいことを特徴として おり、このように小さな複屈折では本発明に用いられる 厚さ20µm以下の光波長板を作製することは不可能で ある。
- 30 【0011】そこで本発明者らは、テトラカルボン酸の 誘導体の1つである各種の酸二無水物と各種のジアミンの組合せから作製されるポリアミド酸及びポリイミドのフィルムに対して、種々の方法により一軸方向の延伸処理を試みたところ、そのすべての場合においてフィルム面内に屈折率の異方性(複屈折)が現れることを見出し、その後、面内の複屈折と熱イミド化後の膜厚を制御する方法について検討を行った結果、本発明に<u>用いられる</u>光波長板とその製造方法を完成するに至った。次いで、前記の方法において得られた各種の光波長板を、基 40 板上に作製された1本あるいは2本以上の複屈折性を有
 - する光導波路から構成される導波型光デバイスに組込む ことにより、本発明にかかる導波型光デバイスを完成す るに至った。

【0012】以下、本発明の実施の態様を列挙する。 (1)面内複屈折が0.03より大きく、かつ膜厚が2 0µm以下のポリイミド膜により構成された光波長板を 光導波回路に用いる。

(2)第1の発明におけるデバイスが偏波変換器であ
 り、かつ波長板が1/2波長板であり、しかも該1/2
 波長板の光学主軸が導波路基板に対して45度の角度を

9 なすように、前記光導波路に挿入されている。

> (3)前記導波型光デバイスが、導波路基板上に配置された、2本の入力導波路、該入力導波路と接続された第 1の方向性結合器、2本の出力導波路、該出力導波路と 接続された第2の方向性結合器、そして該2つの方向性 結合器を接続する第1の導波路と第2の導波路から構成 されるマッハツェンダー干渉計であり、該第1の導波路 及び第2の導波路のそれぞれの光路の中間点に偏波変換 器が配置されている。

> (4)前記導波型光デバイスが、導波路基板上に配置された、複数の入出力用導波路及び該入出力導波路と結合した環状導波路から構成されるリング共振器であり、水平偏波及び垂直偏波のいずれの入力光に対しても環状導波路の光路長が等しくなるように、該環状導波路上に1個あるいは2個以上の偏波変換器が配置されている。

こう)前記導放室パリハイスが、導放店率板工に傾伏記 置された、1つあるいは複数の入出導波路、第1のスラ ブ導波路(入力側)、アレイ導波路、第2のスラブ導波 路(出力側)、そして複数の出力導波路により構成され る、アレイ導波路型回折格子を用いた導波型光合分波器 であり、該アレイ導波路を構成する複数のチャンネル導 波路の各中間点に偏波変換器が配置されている。

(6)前記導波型光デバイスが、導波路基板上に作製された方向性結合器であり、該方向性結合器の中間点に偏 波変換器が配置されている。

(7)前記導波型光デバイスが、電気光学効果を有する 導波路、該導波路近傍に配置された電極から構成される 光位相変調器であり、該導波路の途中に偏波変換器が1 個あるいは2個以上配置されている。

【0013】以下、本発明について、更に詳細に説明す る。図2はポリイミドの屈折率異方性を表わす屈折率楕 円体に対する配向処理の効果を説明する図である。ポリ イミドフィルムは基板上に作製されているものとする。 図2(a)は配向処理を施していない場合のポリイミド の屈折率楕円体、同(b)は配向処理を施した場合のポ リイミドの屈折率楕円体を表わしている。配向処理を施 さない場合、フィルムの面内方向と面に垂直な方向には 屈折率異方性(複屈折)が見られるが、面内方向には屈 折率の異方性は観測されない(ntel = nte2)。しか し延伸処理を施した後には、分子鎖が延伸方向に配向す るため、面内方向と面に垂直な方向だけでなく、面内方 向にも複屈折が見られるようになる(ntel

n TE2)。面内複屈折(n; n TE1 - n TE2)に膜厚 (d)を乗じた値(リターデーション)が光線波長の1 / 2や1 / 4に合致した場合は、それらのフィルムをそ れぞれ1 / 2波長板、1 / 4波長板として使用すること ができ、また面内の複屈折と膜厚を制御することによっ て更に高次の波長板とすることもできる。

【0014】本発明に用いるテトラカルボン酸及びその 誘導体としての酸無水物、酸塩化物、エステル化物等と 50 しては、例えば以下のようなものが挙げられる。ここで はテトラカルボン酸としての名称を示す。

【0015】ピロメリット酸、トリフルオロメチルピロ メリット酸、ペンタフルオロエチルピロメリット酸、ビ ス{3,5-ジ(トリフルオロメチル)フェノキシ}ピ ロメリット酸、2,3,3,4 - ビフェニルテトラ カルボン酸、3,3,4,4 - テトラカルボキシジ フェニルエーテル、2,3,3,4 - テトラカルボ キシジフェニルエーテル、3,3,4,4 - ベンゾ

- 10 フェノンテトラカルボン酸、2,3,6,7-テトラカ ルボキシナフタレン、1,4,5,7-テトラカルボキ シナフタレン、1,4,5,6-テトラカルボキシナフ タレン、3,3,4,4 - テトラカルボキシジフェ ニルメタン、3,3,4,4 - テトラカルボキシジフェ ニルメタン、2,2 - ビス(3,4-ジカルボキ シフェニル)プロパン、2,2 - ビス(3,4-ジカル ボキシフェニル)へキサフルオロプロパン、5,5 -ビス(トリフルオロメチル)-3,3,4,4 - デ トラカルボキシビフェニル、2,2,5,5 - テト
- 20 ラキス(トリフルオロメチル) 3,3,4,4 -テトラカルボキシビフェニル、5,5 - ビス(トリフ ルオロメチル) - 3,3,4,4 - テトラカルボキ シジフェニルエーテル、5,5 - ビス(トリフルオロ メチル) - 3,3,4,4 - テトラカルボキシベン ゾフェノン、ビス{(トリフルオロメチル)ジカルボキ シフェノキシ}ベンゼン、ビス{(トリフルオロメチル) ベンゼン、ビス(ジカルボキシフェノキシ)(トリフル オロメチル)ベンゼン、ビス(ジカルボキシフェノキ
- 30 シ)ビス(トリフルオロメチル)ベンゼン、ビス(ジカ ルボキシフェノキシ)テトラキス(トリフルオロメチ ル)ベンゼン、3,4,9,10-テトラカルボキシペ リレン、2,2-ビス{4-(3,4-ジカルボキシフ ェノキシ)フェニル}プロパン、ブタンテトラカルボン 酸、シクロペンタンテトラカルボン酸、2,2-ビス {4-(3,4-ジカルボキシフェノキシ)フェニル} ヘキサフルオロプロパン、ビス{(トリフルオロメチ ル)ジカルボキシフェノキシ}ビフェニル、ビス{(ト リフルオロメチル)ジカルボキシフェノキシ}ビス(ト
- 40 リフルオロメチル)ビフェニル、ビス{(トリフルオロメチル)ジカルボキシフェノキシ}ジフェニルエーテル、ビス(ジカルボキシフェノキシ)ビス(トリフルオロメチル)ビフェニル、ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)ジメチルシラン、1,3-ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)テトラメチルジシロキサン、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、1,4-ビス(3,4-ジカルボキシトリフルオロフェノキシ)オクタフルオロビフェニル、1,4-ジフルオロピロメリット酸、1-50トリフルオロメチル-4-フルオロピロメリット酸、

1,4-ジ(トリフルオロメチル)ピロメリット酸、1 - ペンタフルオロエチル - 4 - フルオロピロメリット 酸、1-ペンタフルオロエチル-4-トリフルオロメチ ルピロメリット酸、1,4-ジ(ペンタフルオロエチ ル) ピロメリット酸、1-ペンタフルオロフェニル-4 - フルオロピロメリット酸、1 - ペンタフルオロフェニ ル-4-トリフルオロメチルピロメリット酸、1-ペン タフルオロフェニル - 4 - ペンタフルオロエチルピロメ リット酸、1,4-ジ(ペンタフルオロフェニル)ピロ メリット酸、1-トリフルオロメトキシ-4-フルオロ ピロメリット酸、1-トリフルオロメトキシ-4-トリ フルオロメチルピロメリット酸、1 - トリフルオロメト キシ-4-ペンタフルオロエチルピロメリット酸、1-トリフルオロメトキシ-4-ペンタフルオロフェニルピ ロメリット酸、1,4-ジ(トリフルオロメトキシ)ピ ロメリット酸、1-ペンタフルオロエトキシ-4-フル オロピロメリット酸、1-ペンタフルオロエトキシ-4 トリフルオロメチルピロメリット酸、1 - ペンタフル オロエトキシ-4-ペンタフルオロエチルピロメリット 酸、1-ペンタフルオロエトキシ-4-ペンタフルオロ 20 フェニルピロメリット酸、1 - ペンタフルオロエトキシ - 4 - トリフルオロメトキシピロメリット酸、1,4-ジ(ペンタフルオロエトキシ)ピロメリット酸、1-ペ ンタフルオロフェノキシ - 4 - フルオロピロメリット 酸、1-ペンタフルオロフェノキシ-4-トリフルオロ メチルピロメリット酸、1 - ペンタフルオロフェノキシ - 4 - ペンタフルオロエチルピロメリット酸、1 - ペン タフルオロフェノキシ-4-ペンタフルオロフェニルピ ロメリット酸、1-ペンタフルオロフェノキシ-4-ト リフルオロメトキシピロメリット酸、1-ペンタフルオ 30 ロフェノキシ-4-ペンタフルオロエトキシピロメリッ ト酸、1,4-ジ(ペンタフルオロフェノキシ)ピロメ リット酸、ヘキサフルオロ-3,3,4,4 - ビフ ェニルテトラカルボン酸、ヘキサフルオロ-3,3 4,4 - ジフェニルエーテルテトラカルボン酸、ヘキ サフルオロ-3,3,4,4 - ベンゾフェノンテト ラカルボン酸、ビス(3,4-ジカルボキシトリフルオ ロフェニル)スルホン、ビス(3,4-ジカルボキシト リフルオロフェニル)スルフィド、ビス(3,4-ジカ ルボキシトリフルオロフェニル)ジフルオロメタン、 1,2-ビス(3,4-ジカルボキシトリフルオロフェ ニル)テトラフルオロエタン、2,2-ビス(3,4-ジカルボキシトリフルオロフェニル) ヘキサフルオロプ ロパン、1,4-ビス(3,4-ジカルボキシトリフル オロフェニル)テトラフルオロベンゼン、3,4-ジカ ルボキシトリフルオロフェニル - 3 , 4 - ジカルボ キシトリフルオロフェノキシ - ジフルオロメタン、ビス (3,4-ジカルボキシトリフルオロフェノキシ)ジフ ルオロメタン、1,2-ビス(3,4-ジカルボキシト

12

ビス(3,4-ジカルボキシトリフルオロフェノキシ)へキサフルオロプロパン、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、2,3,6,7-テトラカルボキシ-テトラフルオロナフタレン、2,3,6,7-テトラカルボキシ-ヘキサフルオロアントラセン、2,3,6,7-テトラカルボキシ-ヘキサフルオロフェナントレン、2,3,6,7-テトラカルボキシ-テトラフルオロビフェニレン、2,3,7,8-テトラカルボキシ-テトラフ

10 ルオロジベンゾフラン、2,3,6,7-テトラカルボ キシ-テトラフルオロアントラキノン、2,3,6,7 -テトラカルボキシ-ペンタフルオロアントロン、2, 3,7,8-テトラカルボキシ-テトラフルオロフェノ キサチイン、2,3,7,8-テトラカルボキシ-テト ラフルオロチアントレン、2,3,7,8-テトラカル ボキシ-テトラフルオロジベンゾ〔b,e〕1,4ジオ キサン等である。

【0016】また、本発明に用いるジアミンとしては、 例えば以下のようなものが挙げられ。m - フェニレンジ 0アミン、2,4-ジアミノトルエン、2,4-ジアミノ キシレン、2,4-ジアミノデュレン、4-(1H,1 H,11H-エイコサフルオロウンデカノキシ)-1, 3-ジアミノベンゼン、4-(1H,1H-パーフルオ ロ-1-ブタノキシ)-1,3-ジアミノベンゼン、4 -(1H,1H-パーフルオロ-1-ヘプタノキシ)-1,3-ジアミノベンゼン、4-(1H,1H-パーフ ルオロ-1-オクタノキシ)-1,3-ジアミノベンゼ ン、4-ペンタフルオロフェノキシ-1,3-ジアミノ ベンゼン、4-(2,3,5,6-テトラフルオロフェ

- 0 ノキシ) 1,3 ジアミノベンゼン、4 (4 フル オロフェノキシ) - 1,3 - ジアミノベンゼン、4 -(1H,1H,2H,2H-パーフルオロ - 1 - ヘキサ ノキシ) - 1,3 - ジアミノベンゼン、4 - (1H,1 H,2H,2H - パーフルオロ - 1 - ドデカノキシ) -1,3 - ジアミノベンゼン、p - フェニレンジアミン、 2,5 - ジアミノトルエン、2,3,5,6 - テトラメ チル - p - フェニレンジアミン、2,5 - ジアミノベン ゾトリフルオライド、ビス(トリフルオロメチル)フェ ニレンジアミン、ジアミノテトラ(トリフルオロメチ

13

-ジアミノジフェニルメタン、4,4 -ジアミノジフ ェニルスルホン、2,2-ビス(p-アミノフェニル) プロパン、3,3 - ジメチル - 4,4 - ジアミノジ フェニルエーテル、3,3 -ジメチル-4,4 -ジ アミノジフェニルメタン、1,2-ビス(アニリノ)エ タン、2,2-ビス(p-アミノフェニル)ヘキサフル オロプロパン、1,3-ビス(アニリノ)ヘキサフルオ ロプロパン、1,4-ビス(アニリノ)オクタフルオロ ブタン、1,5-ビス(アニリノ)デカフルオロペンタ ン、1,7-ビス(アニリノ)テトラデカフルオロヘプ 10 タン、2,2 - ビス(トリフルオロメチル) - 4, 4 - ジアミノジフェニルエーテル、3,3 - ビス (トリフルオロメチル) - 4,4 - ジアミノジフェニ ルエーテル、3,3,5,5 - テトラキス(トリフ ルオロメチル) - 4,4 - ジアミノジフェニルエーテ ル、3,3 - ビス(トリフルオロメチル) - 4,4 -ジアミノベンゾフェノン、4,4 -ジアミノ-p-テルフェニル、1,4-ビス(p-アミノフェニル)ベ ンゼン、p-ビス(4-アミノ-2-トリフルオロメチ ルフェノキシ)ベンゼン、ビス(アミノフェノキシ)ビ 20 ス(トリフルオロメチル)ベンゼン、ビス(アミノフェ ノキシ)テトラキス(トリフルオロメチル)ベンゼン、 4,4 - ジアミノ - p - クォーターフェニル、4, 4 - ビス(p-アミノフェノキシ)ビフェニル、2, 2 - ビス { 4 - (p - アミノフェノキシ) フェニル } プ ロパン、4,4 - ビス(3-アミノフェノキシフェニ ル)ジフェニルスルホン、2,2-ビス{4-(4-ア ミノフェノキシ)フェニル } ヘキサフルオロプロパン、 2,2-ビス{4-(3-アミノフェノキシ)フェニ - アミノフェノキシ)フェニル } ヘキサフルオロプロパ ン、2,2-ビス{4-(4-アミノフェノキシ)-3,5-ジメチルフェニル}ヘキサフルオロプロパン、 2,2-ビス{4-(4-アミノフェノキシ)-3,5 - ジトリフルオロメチルフェニル } ヘキサフルオロプロ パン、4,4 - ビス(4-アミノ-2-トリフルオロ メチルフェノキシ)ビフェニル、4,4 - ビス(4-アミノ-3-トリフルオロメチルフェノキシ)ビフェニ ル、4,4 - ビス(4-アミノ-2-トリフルオロメ チルフェノキシ)ジフェニルスルホン、4,4 - ビス 40 (3-アミノ-5-トリフルオロメチルフェノキシ)ジ フェニルスルホン、2,2-ビス{4-(4-アミノ-3 - トリフルオロメチルフェノキシ)フェニル } ヘキサ フルオロプロパン、ビス { (トリフルオロメチル) アミ ノフェノキシ } ビフェニル、ビス〔{(トリフルオロメ チル)アミノフェノキシ}フェニル]ヘキサフルオロプ ロパン、ジアミノアントラキノン、1,5-ジアミノナ フタレン、2,6-ジアミノナフタレン、ビス〔{2-(アミノフェノキシ)フェニル } ヘキサフルオロイソプ ロピル〕ベンゼン、ビス(2,3,5,6-テトラフル 50

14

- ン、4 トリフルオロメチル トリフルオロ 1,2 -フェニレンジアミン、2 - トリフルオロメチル - トリフ ルオロ - 1,3 - フェニレンジアミン、4 - トリフルオ ロメチル - トリフルオロ - 1,3 - フェニレンジアミ
 ン、5 - トリフルオロメチル - トリフルオロ - 1,3 -フェニレンジアミン、2 - トリフルオロメチル - トリフ ルオロ - 1,4 - フェニレンジアミン、3,4 - ビス (トリフルオロメチル) - ジフルオロ - 1,2 - フェニ
 レンジアミン、3,5 - ビス(トリフルオロメチル) -ジフルオロ - 1,2 - フェニレンジアミン、2,4 - ビ ス(トリフルオロメチル) - ジフルオロ - 1,3 - フェ ニレンジアミン、4,5 - ビス(トリフルオロメチル)
- ジフルオロ 1,3 フェニレンジアミン、4,6 ビス(トリフルオロメチル) ジフルオロ 1,3 フ ェニレンジアミン、2,3 - ビス(トリフルオロメチ ル) - ジフルオロ - 1,4 - フェニレンジアミン、2,
 5 - ビス(トリフルオロメチル) - ジフルオロ - 1,4
 - フェニレンジアミン、3,4,5 - トリス(トリフル
- 0 オロメチル) フルオロ 1, 2 フェニレンジアミン、3,4,6 トリス(トリフルオロメチル) フルオロ 1,2 フェニレンジアミン、2,4,5 トリス(トリフルオロメチル) フルオロ 1,3 フェニレンジアミン、2,4,6 トリス(トリフルオロメチル) フルオロ 1,3 フェニレンジアミン、4,5,6 トリス(トリフルオロメチル) フルオロ 1,3 フェニレンジアミン、テトラキス(トリフルオロメチル) 1,2 フェニレンジアミン、テトラキス(トリフルオロメチル) 1,3 フェニレンジアミン
- 0 ン、テトラキス(トリフルオロメチル) 1,4 フェ ニレンジアミン、3 - ペンタフルオロエチル - トリフル オロ - 1,2 - フェニレンジアミン、4 - ペンタフルオ ロエチル - トリフルオロ - 1,2 - フェニレンジアミ ン、2 - ペンタフルオロエチル - トリフルオロ - 1,3 - フェニレンジアミン、4 - ペンタフルオロエチル - ト リフルオロ - 1,3 - フェニレンジアミン、5 - ペンタ フルオロエチル - トリフルオロ - 1,3 - フェニレンジ アミン、2 - ペンタフルオロエチル - トリフルオロ 1,4 - フェニレンジアミン、3 - トリフルオロメトキ
 0 シ - トリフルオロ - 1,2 - フェニレンジアミン、4 -

トリフルオロメトキシ - トリフルオロ - 1, 2 - フェニ レンジアミン、2 - トリフルオロメトキシ - トリフルオ ロ - 1,3 - フェニレンジアミン、4 - トリフルオロメ トキシ-トリフルオロ-1,3-フェニレンジアミン、 5 - トリフルオロメトキシ - トリフルオロ - 1,3 - フ ェニレンジアミン、2 - トリフルオロメトキシ - トリフ ルオロ-1,4-フェニレンジアミン、3,3 -ジア ミノ-オクタフルオロビフェニル、3,4 -ジアミノ - オクタフルオロビフェニル、4,4 - ジアミノ-オ クタフルオロビフェニル、2,2 - ビス(トリフルオ ロメチル) - 4,4 - ジアミノヘキサフルオロビフェ ニル、3,3 - ビス(トリフルオロメチル)-4, 4 - ジアミノヘキサフルオロビフェニル、ビス(3-アミノ-テトラフルオロフェニル)エーテル、3,4 - ジアミノ - オクタフルオロジフェニルエーテル、ビス (4 - アミノ - テトラフルオロフェニル)エーテル、 3,3 - ジアミノ - オクタフルオロベンゾフェノン、 3,4 - ジアミノ - オクタフルオロベンゾフェノン、 4,4 - ジアミノ - オクタフルオロベンゾフェノン、 ビス(3-アミノ-テトラフルオロフェニル)スルホ ン、3,4 - ジアミノ - オクタフルオロジフェニルス ルホン、ビス(4-アミノ-テトラフルオロフェニル) スルホン、ビス(3-アミノ-テトラフルオロフェニ ル)スルフィド、3,4 -ジアミノ-オクタフルオロ ジフェニルスルフィド、ビス(4-アミノ-テトラフル オロフェニル)スルフィド、ビス(4-アミノテトラフ ルオロフェニル)ジフルオロメタン、1,2-ビス(4 - アミノテトラフルオロフェニル) テトラフルオロエタ ン、2,2-ビス(4-アミノテトラフルオロフェニ ル) ヘキサフルオロプロパン、4,4 - ジアミノ - ド デカフルオロ - p - テルフェニル、4 - アミノ - テトラ フルオロフェノキシ-4 - アミノ - テトラフルオロフ ェニル - ジフルオロメタン、ビス(4-アミノ-テトラ フルオロフェノキシ) - ジフルオロメタン、1,2-ビ ス(4-アミノ-テトラフルオロフェノキシ)-テトラ フルオロエタン、2,2-ビス(4-アミノ-テトラフ ルオロフェノキシ) - ヘキサフルオロプロパン、1,4 - ビス(4 - アミノ - テトラフルオロフェノキシ) - テ トラフルオロベンゼン、2,6-ジアミノ-ヘキサフル オロナフタレン、2,6-ジアミノ-オクタフルオロア ントラセン、2,7-ジアミノ-オクタフルオロフェナ ントレン、2,6-ジアミノ-ヘキサフルオロビフェニ レン、2,7-ジアミノ-ヘキサフルオロジベンゾフラ ン、2,6-ジアミノ-ヘキサフルオロアントラキノ ン、2,6-ジアミノ-オクタフルオロアントロン、 2,7-ジアミノ-ヘキサフルオロフェノキサチイン、 2,7-ジアミノ-ヘキサフルオロチアントレン、2, 7 - ジアミノ - テトラフルオロジベンゾ〔b, e〕1, 4ジオキサンなどである。

【0017】中でも、膜厚20µm以下のポリイミド光 50 は、通常のポリアミド酸の製造条件と同じでよく、一般

波長板の実現に必要な0.03を超える複屈折を、実用 的な延伸倍率の延伸処理によって発現させるためには、 テトラカルボン酸又はその誘導体とジアミンのいずれ か、又はその双方が、主鎖骨格に回転可能な結合を持た ないか、あるいは回転可能な結合を1つだけもつ直線性 の高い構造であることが好ましい。例えば、ジアミンの 主鎖骨格に回転可能な結合が2つ以上含まれる場合(エ ーテル基、チオエーテル基、メチレン基、スルホン基、

16

- カルボニル基、イソプロピリデン基、ヘキサフルオロイ 10 ソプロピリデン基などが含まれる場合を指す)、テトラ カルボン酸としては、主鎖骨格が1つのベンゼン環から なるピロメリット酸やそのベンゼン環に結合する2つの 水素が他の有機置換基あるいはハロゲンに置換された誘 導体、あるいは主鎖骨格がビフェニル構造である2, 3,3,4 - ビフェニルテトラカルボン酸や、その ベンゼン環に結合する4つの水素が他の有機置換基ある いはハロゲンに置換された誘導体を用いることが好まし い。また、酸無水物の主鎖骨格に回転可能な結合が2つ 以上含まれる場合、ジアミンとしては、主鎖骨格が1つ 20 のベンゼン環からなるジアミノベンゼンやそのベンゼン 環に結合する4つの水素が他の有機置換基あるいはハロ ゲンに置換された誘導体、あるいは主鎖骨格がビフェニ ル構造であり、しかもそのベンゼン環に結合する水素の 一部若しくは全部が他の有機置換基あるいはハロゲンに 置換された誘導体が好ましい。但し、<u>参考</u>例にも示すよ うに、ビフェニル構造を主鎖骨格に持つジアミンを用い ても、酸無水物の主鎖骨格が非常に柔軟な場合には、 0.03を超える複屈折を発現させることができない場 合がある。したがって、テトラカルボン酸又はその誘導 体とジアミンの双方が、その主鎖骨格に回転可能な結合 30 を持たないか、あるいは回転可能な結合を1つだけもつ 直線性の高い構造であることが、更に好ましい。加え て、空気中の水分の吸収に伴う近赤外光の透過性低下を 防ぐと共に、光透過性の高い領域を可視域の低波長側へ 広げるためには、原料であるテトラカルボン酸又はその 誘導体とジアミンのいずれか、又はその双方にフッ素原 子が結合したものを用いることが好ましい。特に参考例 において明らかにするように、ジアミンとして2,2 - ビス(トリフルオロメチル) - 4 , 4 - ジアミノビ
- 40 フェニルを用いた場合には、大きな面内複屈折、高い光 透過性、低い吸水率を持ったポリイミドフィルムを得る ことができる。また、光通信波長を含む近赤外光に対す る吸収損失を限界にまで低減した光波長板を作製するた めには、原料としてテトラカルボン酸又はその誘導体と ジアミンのいずれか、又はその双方がアミノ基を除いて すべてフッ素化されたものを用いることが好ましい。
 【0018】上記のテトラカルボン酸又はその誘導体と ジアミンを反応させることによりポリアミド酸の溶液あ るいはフィルムを製造する。ポリアミド酸の製造方法
 50 は 通常のポリアミド酸の製造を生気してよく 一般

30

的にはテトラカルボン酸の二無水物を等モルのジアミン とN-メチル-2-ピロリドン、N,N-ジメチルアセ トアミド、N, N-ジメチルホルムアミドなどの極性有 機溶媒中で反応させるが、これらを真空中、気相あるい は無溶媒高圧下において反応させることも可能である。 本発明に<u>用いられる光波長板の作製にあたっては</u>、テト ラカルボン酸又はその誘導体及びジアミンとも単一化合 物で用いるばかりではなく、複数のジアミン、テトラカ ルボン酸又はその誘導体を混合して用いることが可能で ある。その場合は、複数又は単一のジアミンのモル数の 合計と複数又は単一のテトラカルボン酸又はその誘導体 のモル数の合計が等しいか又はほぼ等しくなるようにす る。次いで得られたポリアミド酸のイミド化によるポリ イミドの合成については、熱イミド化を始めとした通常 のポリイミドの合成法が使用できる。加えて本発明に<u>用</u> いられる光波長板の作製にあたっては、単一のポリアミ ド酸のイミド化のほか、複数のポリアミド酸を混合した 状態でイミド化を行い、ポリイミドの混合体を得ること も可能である。

【0019】フィルム面内に複屈折性のあるポリイミド の製造方法としては、フィルムを一軸方向に延伸する処 理と熱イミド化処理を、ある程度の溶媒を含んだポリア ミド酸フィルムに対して、同時にあるいは連続的に行う ことが有効である。具体的には:ポリアミド酸フィルム を一軸延伸した後、金属枠等で一軸あるいは二軸方向を 固定した状態で熱イミド化する方法、ポリアミド酸フィ ルムに一軸方向の引張り応力をかけたまま熱イミドを行 うことにより、延伸とイミド化を同時に行う方法、ポリ アミド酸フィルムを一軸方向のみ金属枠等で固定して熱 イミドを行うことにより、その過程で起こるイミド化に よるフィルム収縮と溶媒の蒸発を利用して延伸とイミド 化を同時に行う方法、ポリアミド酸の溶液を面内に熱膨 張率異方性を有する基板に塗布し、そのまま熱イミド化 することにより、その過程で起こる基板の熱膨張の異方 性を利用して延伸とイミド化を行う方法、が有効である ことが、本発明の参考例から明らかとなっている。 【0020】ここで、延伸処理を熱イミド化処理と同時 に行うことは、大きな面内複屈折を得るために有効であ るが、既にイミド化が終了した面内複屈折を持たないポ リイミドフィルムに対して延伸処理を施すことは、得ら

リイミドフィルムに対して延伸処理を施すことは、得られる面内複屈折が前記の方法に比べて小さいことから有効でない。しかし、イミド化が終了しておりしかも目的の値に近いリターデーションをもつポリイミドフィルムに対しては、300以上の高温下で再度延伸処理を施すことは、リターデーションの調整方法として有効である。また同様のポリイミドフィルムに対して、300以上の高温下、応力をかけない状態で熱処理を施すことも、リターデーションの更に精密な調整方法として有効である。これは剛直な構造を持つポリイミドが高温下で自発的に配向し、複屈折が増大する現象を利用してい

18

る。なお、これらの方法を用いる場合には、該ポリイミ ドフィルムのリターデーションを外部からモニターしな がら、その延伸条件や温度条件を調節することが好まし い。

【0021】ポリアミド膜フィルムの室温付近における 一軸延伸の方法としては、ポリアミド酸溶液を基板に塗 布し、溶媒をある程度乾燥させた後に、フィルムを基板 からはく離して延伸を行う方法のほかに、延伸が容易な 高分子(例えばポリビニルアルコールやポリカーボネー

トなど)のフィルム上にポリアミド酸溶液を塗布し、溶 10 媒をある程度乾燥させた後で、ポリアミド酸を基板ごと 延伸しその後にはく離する方法や、基板からはく離した ポリアミド酸のフィルムを良溶媒と貧溶媒からなる混合 溶媒に浸漬し、膨潤がある程度進んだ後で延伸する方法 を用いることができる。室温付近におけるポリアミド酸 の一軸延伸あるいは高温におけるポリイミドフィルムの 一軸延伸についてはこれら以外の方法も考えられ、ポリ アミド酸あるいはポリイミドの分子鎖が結果として一軸 方向に配向していれば、どのような方法も使用すること 20 が原理的に可能である。例えば、ポリアミド酸の溶液を 耐熱性プラスチックや金属の基板に塗布し、溶媒をある 程度乾燥させたのちに基板ごと曲げて応力をかけ延伸さ せたまま熱イミド化する方法や、ロール延伸機、テンタ ー延伸機等を用いた通常の延伸操作も有効と推定され る。

【0022】面内に熱膨張率の異方性を有する基板としては、参考例に示すように方解石が有効であるが、その ほかにも無機材料では水晶、ニオブ酸リチウム、タンタ ル酸リチウム、酸化チタンのような端結晶材料、金属材 料では一軸方向にガラス繊維などを埋め込んだ繊維強化 メタル(FRM)、有機材料では液晶性ポリエステルや 液晶性ポリアリレート、一軸方向にガラス繊維などを埋

込んだ繊維強化プラスチック(FRP)などが有効と推定される。また、電圧を加えることにより一方向に伸縮する圧電材料や、熱を加えることにより一方向に伸縮する焦電材料も基板として有効と推定される。

【0023】ポリイミドを用いた光波長板を得るために は、通常そのリターデーションを導波光波長の1/2や 1/4に合せる必要があるため、面内複屈折の制御と共

 40 にフィルムの膜厚制御が重要となる。ポリイミドの膜厚 制御は、一般にその前駆体であるポリアミド酸溶液のス ピンコート条件を最適化することによって行われるが、 更に高精度の膜厚制御が求められるものについては、設 計値よりもやや厚めに作製した延伸ポリイミドフィルム を、反応性イオンエッチングやUVアッシャー、酸素ア ッシャー等を用いて所定の膜厚まで削っていくことによ り作製が可能である。なお、本発明に用いられるポリイ ミド系光波長板は、光導波路あるいは導波型光デバイス の光路途中に挿入することを主な目的として作製したも
 50 のであるが、従来の光波長板としてもそのまま使用する

ことができる。また、リターデーションを導波光の波長 の1/2や1/4ではなく、任意の値に調整した光位相 差板として使用することもできる。加えて、ポリイミド は300 以上の耐熱性を有するため、スパッタや蒸着 によりその表面に金属、半導体、誘電体などの薄膜ある いは多層膜を形成することが可能であり、これらを反射 膜や特定の波長の光を遮断するフィルターとして使用す ることもできる。

[0024]

【実施例】以下、いくつかの実施例を用いて本発明を更 10 に詳しく説明する。本発明はこれらの実施例のみに限定 されるものではない。

【0025】ポリイミドフィルムの面内方向の複屈折 (n)は、TE偏光を延伸方向に入射した場合に得ら れる屈折率(nmm)とTE偏光を延伸方向に垂直な方 向に入射した場合に得られる屈折率(n m2)の差をと ることにより求めた。屈折率は(株)メトリコン社のプ リズムカプラー(PC-2000型)を用い、室温23 、波長1.55µmで測定した。またポリイミドフィ

ルムの膜厚(d)は、膜厚が20µm以下の場合は上記 のプリズムカプラーで、それ以上の場合はピーコック社 製のダイアルゲージで測定した。光波長板としての機能 発現に必要なリターデーション(n×d)は、上記の 方法で求めた nとdを乗ずることで計算可能である が、より直接的には、「セナルモン法」、「光干渉 法」、「回転検光子法」、「位相変調法」、「平行ニコ ル回転法」などの方法により求めることができる。実施 例においては、光源として波長1.55µmのレーザー ダイオードを、偏光子として2つのグラントムソンプリ ズムを用い、「平行ニコル回転法」によりリターデーシ 30 ョンを測定した。なお、参考例で用いたポリイミドの中 で、ジアミンとして2,2 - ビス(トリフルオロメチ ル) - 4,4 - ジアミノビフェニルを用いたフッ素化 ポリイミドが、300 を超える耐熱性と0.7%以下 の吸水率を持つことは、特開平3-72528号公報、 及びマクロモレキュール誌〔T.松浦ほか、第24巻、 第5001~5頁(1991)及びT.松浦ほか、第2 5巻、第3540~5頁(1992)〕で明らかにした とおりである。

【0026】参考例1

直径4インチのシリコンウェハに、以下の構造式(化 1)で示されるピロメリット酸二無水物(PMDA): [0027]

【化1】



【0028】と、以下の構造式(化2)で示される2,

2 - ビス(トリフルオロメチル) - 4,4 - ジアミ ノビフェニル(TFDB): [0029] 【化2】 Fз

20



【0030】から合成されたポリアミド酸のN, N-ジ メチルアセトアミド溶液をスピンコート法により塗布し た。この塗膜に70、1時間の熱処理をしてはく離で きる程度に溶媒を蒸発させた。はく離したフィルムを縦 6 c m、横3 c mの短冊状に切り出し、引張り試験機 (インストロン)にかけて室温状態のまま一軸延伸を行 った結果、10%の伸びが観測された。これを長方形の 金属枠に固定し、最高温度350 で1時間熱イミド化 を行った。得られたフィルムの nは0.145であっ 20 た。このポリイミドの n が変化しないとして、これを 波長1.55µmの1/2波長板として使用するために は、膜厚が5.3µmである必要がある。そこでポリア ミド酸溶液のスピンコートの条件を、延伸イミド化後の 膜厚が5.3µmとなるように変え、上記と同様の延伸 処理(伸び10%)と熱処理を再度行った結果、 n x d = 0.775のポリイミドフィルムが得られた。そこ でこのフィルムの延伸軸に対して偏波面が45度傾くよ うに波長1.55µmの直線偏光を入射したところ、透 過後の偏波面が90度回転したことから、このフィルム が1/2波長板として使用できることが明らかとなっ

た。また、石英系の埋め込み型光導波路に幅20µm、 深さ150μmの溝を導波路の長手方向に対して直角に 切っておき、このポリイミドフィルムの延伸軸が導波路 基板に対して45度の角度をなすように該フィルムを切 断して溝に挿入し、過剰損失を測定したところ0.3d Bであった。

【0031】参考例2

参考例1と同様の方法で作製したポリアミド酸のはく離 フィルムを、縦6cm、横3cmの短冊状に切り出し、

40 その一端を上方として金属枠に固定すると共に、それに 対向する他端を2つの金属片で挟んで120gのおもり をつけ、吊り下げることにより引張り応力をかけた。こ れをこの状態のまま窒素雰囲気の加熱炉に入れ、昇温速 度4 / 分で最高温度350 まで昇温し、その後35 0 で1時間保持することにより熱イミド化を行った。 得られたフィルムの nは0.037であった。このポ リイミドの nが変化しないとして、これを波長1.5 5µmの1/4波長板として使用するためには、膜厚が 10.5µmである必要がある。そこでポリアミド酸溶

50 液のスピンコートの条件を、熱イミド化後の膜厚が1

0.5µmとなるように変え、また、フィルムにかかる 単位断面積当りの応力が同じになるようにおもりの重量 を変えて上記の処理を再度繰り返した結果、 n×d= 0.388のポリイミドフィルムが得られた。このよう にして得られたフィルムの延伸軸に対して偏波面が45 度傾くように波長1.55µmの直線偏光を入射したと ころ、透過後の光が円偏光となったことから、このフィ ルムが1/4波長板として使用できることが明らかとな った。参考例1と同様の方法で、光導波路への挿入に伴 う過剰損失を測定したところ、0.3dBであった。 【0032】参考例3

参考例2に示した光波長板の製造方法において、おもり の重量、昇温速度、最高温度がポリイミドの n に及ぼ す効果を明らかにするために以下のような検討を行っ た。まず、昇温速度を4 / 分、最高速度を350 に 固定して、おもりの重量を30gから240gまで変化 させた。図3は、ポリアミド酸フィルムに吊り下げるお もりの重量と得られる面内複屈折の関係を表わす図であ り、横軸はおもりの重量(g)、縦軸は面内複屈折 n を表わす。図3に示すように、ポリイミドの n はおも 20 りの重量と線形の関係にあり、0.017から0.07 0の範囲で制御可能である。次に、おもりの重さを12 0g、最高温度を350 に固定して、昇温速度を4 /分から40 /分まで変化させた。図4は、熱イミド 化における昇温速度と得られる面内複屈折の関係を表わ す図であり、横軸は昇温速度(/分)、縦軸は面内複 屈折 nを表わす。図4に示すように、ポリイミドの nは昇温速度と線形の関係にあり、0.037から0. 063の範囲で制御可能である。最後に、おもりの重さ を120g、昇温速度を4 /分に固定して、最終温度 30 を350 /分から450 /分まで変化させた。図5 は、熱イミド化における最高温度と得られる面内複屈折 の関係を表わす図であり、横軸は最高温度()、縦軸 は面内複屈折(n)を表わす。図5に示すように、ポ リイミドの nは最終温度と線形の関係にあり、0.0 37から0.189の範囲で制御可能である。これらの 結果から明らかなように、ポリイミドフィルムのリター デーションは、 nを制御することによって制御可能で ある。図3に見るように、おもりの重量を変化させる方 法は、実現が容易でありかつ nの精密制御が可能であ る。変化させることのできる nの範囲も、膜厚が10 ~20µmの光波長板を作製する目的には十分である。 昇温速度を変化させる方法も、図4に見るように変化さ せることのできる nの範囲がやや狭いものの、制御性 に優れる。最高温度を変化させる方法は、図5に見るよ うに他の2つの方法に比べると nの精密制御性にやや 劣るものの、変化させることのできる nの範囲が非常 に広く、10µm以下の膜厚の波長板を作製するのに適 している。最高温度450の条件下では、波長1.3

【0033】参考例4

参考例2に示した光波長板の製造方法において、ポリイ ミドの分子構造と得られる nを明らかにするために以 下のような検討を行った。参考例2で用いた Р М D A と **TFDBから合成されたポリアミド酸(PMDA/TF**) DB)に加え、PMDAと以下の構造式(化3)で示さ れる4,4 -ジアミノジフェニルエーテル(OD A):

【0034】 10

【化3】

できる。



【0035】から合成されたポリアミド酸(PMDA/ ODA)、以下の構造式(化4)で示される3,3 4,4 - ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物 (BTDA):

[0036]

【化4】



【0037】とODAから合成されたポリアミド酸(B TDA/ODA)、以下の構造式(化5)で示される 2,2-ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)へキサ フルオロプロパン二無水物(6FDA):

[0038]

【化5】



とTFDBから合成されたポリアミド酸(6FDA/TFDB)、そしてPMDAと6FDAの当モル混合物と **TFDBから合成されたポリアミド酸(PM6F/TF** 40 DB)の膜厚25µmのフィルムを用意し、参考例3と 同様に、おもりの重さを120g、昇温速度を4 /分 に固定して、最終温度を350 /分から450 /分 まで変化させた。得られたポリイミドの nをフィルム の熱イミド化過程における最大の伸びに対してプロット したのが図6である。すなわち図6は、熱イミド化にお けるポリイミドフィルムの最大の伸び(%、横軸)と得 られる面内複屈折 n(縦軸)の関係を表わす図であ る。図6に示ように、PMDA/TFDBは伸びが30 %を超えた状態でも nが単調に増加するのに対し、P 0µmの1/2波長板を3.4µmまで薄くすることが 50 MDA/ODAは伸びが30%を超えると nに飽和の

傾向が現われる。これは Р М D А / Т F D B が直線状の 剛直な構造であるのに対し、 PMDA / ODAにはエー テル結合があり、すべての分子鎖が延伸方向に配向する ことができないためと推定される。この2つのポリイミ ドは10%程度の延伸によって0.03を超える nが 発現するため、膜厚20µm以下のポリイミド光波長板 の材料として用いることができる。一方、ジアミンが剛 直なTFDBであっても、酸無水物が6FDAの場合 は、6 F D A の主鎖骨格が非常に柔軟なために、0.0 3を超える複屈折を発現させることができない。6 F D Aが nの発現を阻害する効果は大きく、PM6F/T FDBはPMDAと6FDAが等量含まれているにもか かわらず、伸びに対する nの増加はPMDA/TFD Bよりも6FDA/TFDBに近い。酸無水物とジアミ ンの両方に回転可能な結合が2つずつ含まれるBTDA / O D A の場合も、0.03を超える 複屈折を発現させ ることができない。伸びが20%を超える状態で nが 低下しているのは、このポリイミドがガラス転移点以上 に熱せられたために、延伸によって形成された分子鎖の 配向が緩和したためと推定される。

【0039】上記の方法で作製した厚さ15µmのPM DA/TFDBとPMDA/ODAのポリイミドフィル ムについて測定した光透過性とリターデーションの波長 依存性を図7と図8に示す。図7及び図8において横軸 は波長(µm)、縦軸は光透過性(%)又は1.55µ mで規格化したリターデーションを表わす。光透過性の 波長依存性には膜厚との干渉縞が見える。波長1.55 µmにおける nはどちらも約0.05であり、リター デーションは1.55μmでの値に規格化してある。ど ちらのポリイミドも光通信波長域のほぼ全域で95%以 30 上の光透過性と十分なリターデーションを持つことがわ かる。特に分子構造にフッ素を含む Р М D А / Т F D В (図7)は、光透過性が急減する吸収端の波長が、フッ 素を含まない Р М D А / O D A (図 8) に比べて約0. 06µm低波長にあり、またリターデーションが急減す る波長や約0.1µm低波長側にあるため、波長板ある いは位相差板として使用できる波長域がその分広くなっ ている。

【0040】<u>参考</u>例5

<u>参考</u>例1と同様の方法で作製したポリアミド酸のはく離 40 フィルムを、縦6cm、横3cmの短冊状に切り出し、 長方形の金属枠に一軸方向だけを固定し、最高温度35

の で熱イミド化を行った。得られたフィルムの nは
 0.053であった。ポリアミド酸溶液のスピンコート
 条件を変化させた場合のポリイミドフィルムの膜厚及び
 リターデーションを図9に示す。図9において、横軸は
 スピンコート回転数(rpm)、縦軸はリターデーション
 ン(µm)を表わす。図9のように、リターデーション
 とスピンコート回転数は線形の関係にあり、ポリイミドのリターデーションはスピンコート回転数を変化させる 50

24

ことによって高い精度で制御することができる。また、 膜厚に比例してリターデーションが増加することから、 膜厚が変化した場合でも常に一定の nが発現している ことがわかる。図9から読み取れるように、波長1.5 5µmの1/2波長板を作製するためには、膜厚が1 4.5µmである必要がある。そこでポリアミド酸溶液 のスピンコート回転数を570rpmとして、上記の処 理を再度繰り返した。こうして得られたポリイミドフィ ルムの延伸軸に対して偏波面が45度傾くように波長

10 1.55µmの直線偏光を入射したところ、透過後の偏 波面が90度回転したことから、このフィルムが1/2 波長板として使用できることが明らかとなった。参考例 1と同様の方法で、光導波路への挿入に伴う過剰損失を 測定したところ、0.3dBであった。

【0041】<u>参考</u>例6

参考例1と同様の方法で作製したポリアミド酸の溶液 を、縦横の長さが5cm、厚さ3mm、結晶c軸が面内 に出ている方解石基板上に塗布し、最高温度350 で 熱イミド化を行った。得られたフィルムの nは0.0

 20 31であった。このポリイミドフィルムを波長1.55 µmの1/4波長板として使用するためには、膜厚が1
 2.5µmである必要がある。そこでポリアミド酸溶液のスピンコートの条件を、熱イミド化後の膜厚が12.5µmとなるように変えて、上記の処理を再度繰り返した。このようにして得られたフィルムの延伸軸に対して偏波面が45度傾くように波長1.55µmの直線偏光を入射したところ、透過後の光が円偏光となったことから、このフィルムが1/4波長板として使用できることが明らかとなった。参考例1と同様の方法で、光導波路
 30 への挿入に伴う過剰損失を測定したところ、0.3dBであった。

【0042】<u>参考</u>例7

参考例1と同様の方法で作製したポリアミド酸の溶液 を、溶液流延法の連続製膜装置にかけ、ポリカーボネー トの支持フィルム上に流延し、70 の乾燥層を通し て、幅50cm、厚さ25µmのフィルムとした。その 後、ポリアミド酸のフィルムを支持フィルムからはく離 し、50cm幅の左右をチャックで固定して、130 の低温槽と350の高温槽を通過させた。得られたフ ィルムは50cm幅の方向に延伸されており、中央部の 厚さは14µmで、0.045の nを示した。このポ リイミドは波長1.55µmの1/2波長板として使用 nが0.055である必要がある。そ するためには、 こで、このポリイミドの延伸方向を長手方向として縦6 cm、横3cmの短冊状に切り出し、その一端を上方と して金属枠に固定すると共に、それに対向する他端を金 属枠で挟んで120gのおもりをつけ、吊り下げること により引張り応力をかけた。これをこの状態のまま窒素 雰囲気の加熱炉に入れ、昇温速度4 / 分で昇温した。 加熱炉の左右には直径5 cmの石英窓が取り付けられ、

10

それを通して1.55µmのレーザー光がポリイミドフ ィルムを貫通する構造となっている。加熱炉の左右に置 かれたリターデーション測定系により、熱処理中のポリ イミドのその場測定が可能である。雰囲気の温度が35 0 を超えたところからリターデーションが増加し始 め、365 でリターデーションが0.775となっ た。加熱を打ち切り、室温まで自然冷却した後、再度 nを測定したところリターデーションの変化は1%以内 であった。こうして得られたポリイミドフィルムの延伸 軸に対して偏波面が45度傾くように波長1.55µm の直線偏光を入射したところ、透過後の偏波面が90度 回転したことから、このフィルムが1/2波長板として 使用できることが明らかとなった。<u>参考</u>例1と同様の方 法で、光導波路への挿入に伴う過剰損失を測定したとこ ろ、0.3dBであった。

【0043】参考例8

参考例7と同様の方法で作製した厚さ14 µm、 nが 0.045のポリイミドの延伸方向を長手方向として縦 6 cm、横3 cmの短冊状に切り出し、長方形の金属枠 に延伸軸方向の両端を固定した。これをこの状態のまま 20 窒素雰囲気の加熱炉に入れ、昇温速度4 / 分で昇温し た。雰囲気の温度が350 を超えたところからリター デーションが増加し始め、400 でリターデーション が0.775となった。加熱を打ち切り、室温まで自然 冷却した後、再度 nを測定したところリターデーショ ンの変化は1%以内であった。こうして得られたポリイ ミドフィルムの延伸軸に対して偏波面が45度傾くよう に波長1.55µmの直線偏光を入射したところ、透過 後の偏波面が90度回転したことから、このフィルムが 1/2波長板として使用できることが明らかとなった。 参考例1と同様の方法で、光導波路への挿入に伴う過剰 損失を測定したところ、0.3dBであった。

【0044】実施例1

図10は本発明の第1の実施例を示す図で、厚さ1mm のシリコン基板上に作製された1本のシングルモード導 波路から構成される偏波変換器である。すなわち図10 は、本発明によるポリイミド1/2波長板を用いた偏波 変換器を示す模式図であり、符号1は入力導波路、2は 出力導波路、3はポリイミド1/2波長板、4は溝、5 はシリコン基板を意味する。導波路は火炎堆積法と反応 性イオンエッチングにより作製された石英系の導波路で あり、その断面はシリコン基板上に堆積された厚さ60 μmのクラッディング層のほぼ中央に、寸法7μm×7 µmのコアが埋設された構造となっている。クラッディ ッグとコアの比屈折率差は0.75%である。光路の途 中には幅20µm、深さ150µmの溝が設けられてい る。溝の作製には、エッチングなどの化学的な加工とダ イシングソーなどの機械的な加工のいずれを用いてもよ いが、本実施例では15µm厚の歯(ブレード)を用い

26

作製され、その光学主軸が基板と45度の角度をなすよ うに切断された厚さ14.5µmのポリイミド1/2波 長板が挿入されている。この偏波変換器の入力導波路に 偏波保存のシングルモード光ファイバを接続し、導波路 基板に対して水平方向の電界をもつ偏光(水平偏波)を 入射したところ、出力導波路からは導波路基板に対して 垂直方向の電界をもつ偏光(垂直偏波)が出射された。 また同様に、垂直偏波を入射したところ、出力導波路か らは水平偏波が出射された。水平偏波を垂直偏波に、ま た垂直偏波を水平偏波に変換する効率を示す偏波変換度

を測定したところ、30dBであった。また、溝を加工 しポリイミド波長板を挿入したことに伴う過剰損失は 0.3dBであった。

【0045】実施例2

図11は本発明の第<u>2</u>の実施例を示す図で、本発明の偏 波変換器を、2本のシングルモード導波路から構成され るマッハツェンダー干渉計を用いた導波型光波長合分波 器に適用したものである。すなわち図11は、本発明に よるマッハツェンダー干渉計を用いた偏波無依存の導波 型光合分波器を示す模式図である。図11において、符 号3~5は図10と同義であり、6は第1の入力導波 路、7は第2の入力導波路、8は第1の出力導波路、9 は第2の出力導波路、10は第1の方向性結合器、11 は第1の光路、12は第2の光路、13は第2の方向性 結合器を意味する。2本の導波路は、第1の入力導波 路、第2の入力導波路、第1の方向性結合器、第2の方 向性結合器、第1の光路、第2の光路、第1の出力導波 路、第2の出力導波路を構成している。第1及び第2の 方向性結合器の分岐比は共に50%であり、第1及び第 2の光路はその長さが Lだけ異なっている。第1の光 30 路と第2の光路の中間点には溝が設けられ、ポリイミド 1/2波長板が挿入されている。本実施例で用いている 導波路の寸法、作製条件、伝搬特性、溝と波長板の形 状、波長板の特性等は実施例1と同じである。ポリイミ ド光波長板は偏波変換器として作用し、第1及び第2の 光路を伝搬してきた導波光の水平偏波を垂直偏波に、ま た垂直偏波を水平偏波に変換する。第1の入力導波路に は光ファイバが接続される。なお、第2の入力導波路に 光ファイバを接続した場合には、以下の記述において第 40 1の出力と第2の出力が入れ替わるだけで、本実施例の 導波型光合分波器の動作には影響を及ぼさない。第1の 入力導波路からの導波光は第1の方向性結合器でそのパ ワーが等分され、第1と第2の光路を独立に伝搬し、第 2の方向性結合器で再び合流した後、第1と第2の出力 導波路から取り出される。まずポリイミド光波長板によ る偏波変換器が無い場合を考えてみると、シリコン基板 上に作製された石英系導波路は複屈折性を有するため、 水平偏波に対する屈折率と垂直偏波に対する屈折率が異 なり、結果として第1の光路と第2の光路の光路長差 てダンシングソーで加工した。溝の中には、参考例5で 50 が、水平偏波が入射した場合と垂直偏波を入射した場合

とで異なる。このため光波長合分波器としての特性が偏 波依存性を持つ。ここで光路長とは、光が導波する距離 に屈折率を乗じた値であり、光の進行に伴う位相の遅れ と比例関係にある。これに対して図11に示すように偏 波変換器が第1の光路と第2の光路の中間点にある場 合、それらの光路長差は水平偏波と垂直偏波で等しくな る。なぜならば水平偏波で入射した光は光路の前半は水 平偏波としての屈折率を感じるが、後半は垂直偏波とし ての屈折率を感じ、従って合計の光路長はそれらの屈折 率の平均と物理的な長さの積となる。一方、垂直偏波で 入射した光の光路長も、同様に水平偏波の屈折率と垂直 偏波の屈折率の平均と物理的な長さの積となる。その結 果として、本実施例の波長合分波器としての特性は偏波 無依存になる。

【0046】図12は、図11の導波型光合分波器の分 波特性を示す図であり、横軸は信号光波長、縦軸は透過 光強度を表わす。図中の曲線はそれぞれポリイミド光波 長板を用いた偏波変換器がある場合(実線)、従来の水 晶光波長板を用いた偏波変換器がある場合(1点鎖線) 及び偏波変換器がない場合(点線)の波長合分波特性を 20 示す。ここでは入力光として水平偏波と垂直偏波を等し い光量で第1の入力導波路から入射し、第1の出力導波 路からの出力を測定した。水平偏波と垂直偏波はそれぞ れ正弦波で表わされる透過特性を示すが、偏波変換器が 無い場合は、その波長特性が水平偏波と垂直偏波とで異 なっているため、その和で表わされる全体の波長特性は 消光比の悪いものとなる。ここで消光比とは、光が最も 強く出力される波長における出力と最も弱く出力される 波長における出力との比を指している。水晶の光波長板 を用いた偏波変換器がある場合には、水平偏波と垂直偏 30 波でその波長特性が一致するため消光比は高くなる。し かしながら水晶波長板が厚いために、過剰損失が4 d B と大きくなってしまう。一方、ポリイミド光波長板を用 いた偏波変換器がある場合には、偏波依存性が解消さ れ、高い消光比が得られると共に過剰損失も0.3dB と大幅に低くなっている。

【0047】実施例<u>3</u>

図13は第<u>3</u>の実施例を示す図であり、本発明の偏波変換器を導波型リング共振器に適用したものである。すな <u>わ</u>ち図13は、本発明による偏波無依存の導波型リング40 共振器を示す模式図であり、符号1~5は図10と同 義、10及び13は図11と同義、14は入力ファイ バ、15はリング導波路、16は出力ファイバを意味す る。シリコン基板上には入力導波路、リング導波路、出 力導波路が配置され、入力導波路とリング導波路は第1 の方向性結合器、出力導波路とリング導波路は第2の方 向性結合器により結合されている。また、リング導波路 の2ヵ所には溝が設けられ、ポリイミド1/2波長板が 挿入されている。本実施例で用いている導波路の寸法、 作製条件、伝搬特性、溝と波長板の形状、波長板の特性50 28

等は実施例<u>1</u>と同じである。この原理も実施例<u>2</u>と同じ で、光波長板が無い場合は導波路の複屈折のためにリン グ共振器一周の光路長が水平偏波と垂直偏波で異なる。 これを補償するために1/2波長板を挿入して偏波変換 器として機能させることによってその偏波依存性を解消 した。図14(a)に本実施例としてのポリイミド光波 長板を挿入したときのリング共振器の波長特性を示す。 比較のため光波長板がない場合のリング共振器の波長特 性は図14(b)に示す。図14において、横軸は波

- 10 長、縦軸は透過光強度(任意単位)を表わす。ポリイミド光波長板を用いた偏波変換器の使用により、水晶波長板を用いた偏波変換器の場合に比べて1/10以下の低い損失得られた。なお、本実施例においては、ポリイミド光波長板は2ヵ所に挿入されているが本発明はこれに限定されるものではなく、偶数個であれば同様の効果が得られることは明白である。また、1あるいは3など奇数個の場合には、偏波依存性解消の効果はそのままで共振長が2倍になる。すなわち、リング導波路の長さを1/2にすることができ、小型化が可能となることを付記20しておく。
 - 【0048】実施例<u>4</u>

図15は本発明の第<u>4</u>の実施例を示す図であり、本発明 の偏波変換器をアレイ導波路型回折格子を用いた光合分 波器に適用したものである。すなわち図15は、本発明 によるアレイ導波路回折格子を用いた偏波無依存の導波 型光合分波器を示す模式図であり、符号1~5は図10 と同義であり、17は第1のスラブ導波路、18は第2 のスラブ導波路、19はチャンネル導波路、20はアレ イ導波路を意味する。シリコン基板上には入力導波路、

- 第1のスラブ導波路、アレイ導波路、第2のスラブ導波路、複数の出力導波路が順次接続されている。2つのスラブ導波路はそれぞれ入力導波路あるいは出力導波路端を曲率中心とする扇型である。アレイ導波路は長さがしずつ異なる複数のチャンネル導波路から構成されている。満が作製され、その中にはポリイミド1/2波長板が挿入されている。本実施例で用いている導波路の寸法、作製条件、伝搬特性、満と波長板の形状、波長板の特性等は実施例1と同じである。1/2波長板は各チャンネル導波路の中間点に配置される必要があり、ここでしは各チャンネル導波路の中間点が1直線上に並ぶよう
- に、アレイ導波路を左右対称に設計し、溝が連続した1
 つの直線になるようにしてある。このとき1/2波長板は、アレイ導波路を構成するすべてのチャンネル導波路を横切る長さを持つもの1枚で十分である。設計によっては左右対称でない場合もありうるが、その時には溝が一直線上にないため、チャンネル導波路の数の1/2波長板を挿入する必要があり、作業量が増加するので好ましくない。アレイ導波路回折格子に本発明の偏波変換器を適用したときの偏波依存性解消の効果は実施例1のマッハツェンダー干渉計の場合と同様である。図16は、

図15の導波型光合分波器の分波特性を示す図であり、 横軸は信号光波長、縦軸は損失を表わす。図中の曲線は それぞれポリイミド光波長板を用いた偏波変換器がある 場合(実線)、従来の水晶波長板を用いた偏波変換器が ある場合(1点鎖線)及び偏波変換器がない場合(点 線)の波長合分波特性を示す。ポリイミド光波長板を用 いた偏波変換器を使用した場合、偏波依存性が解消され ると共に、損失が0.3dBと大幅に低くなっている。 【0049】実施例5

図17は第5の実施例を示す図であり、本発明の偏波変 換器を方向結合器に適用したものである。すなわち図1 7は、本発明による偏波無依存の導波型方向性結合器を 示す模式図であり、符号3~9は図11と同義、21は 方向性結合器を意味する。シリコン基板上には第1の入 力導波路、第2の入力導波路、方向性結合器、第1の出 力導波路、第2の出力導波路が作製され、更に方向性結 合器の中間点には溝が設けられ、その中にポリイミド1 /2波長板が挿入されている。本実施例で用いている導 波路の寸法、作製条件、伝搬特性、溝と波長板の形状、 の長さLは完全結合長の半分で、このデバイスが3dB カプラ(分岐比1対1)として動作するように設計され ているが、本発明はこれに限定されるものではなく、様 々な分岐比を有する方向性結合器に適用できる。方向性 結合器における2つの伝搬モード(偶モードと奇モー ド)の実効屈折率をそれぞれ n。、 n。として、水平偏波 に(TE)、垂直偏波に(TM)の添え字を付ける。第 1の入力導波路から伝搬してきた光により方向性結合器 の左端では偶モードと奇モードが励振される。途中で水 平偏波と垂直偏波が交換されるので、偶モードと奇モー ドの光路長の差は以下のようになる。水平偏波の入力に 対して、

[0050]

【数1】 〔n_{e(TE)} $L / 2 + n_{e(TM)}$ L/2)-(n L / 2 + n₀(™) L/2] o(TE) 【0051】

垂直偏波の入力に対して、

[0052]

【数2】〔n_{e(TM)} $L / 2 + n_{e(TE)}$ L/2]-(n o(TM) L / 2 + n_{o(TE)} L/2]

【0053】であり、両者の値は一致する。したがっ て、方向性結合器としての分岐比に偏波依存性はない。 方向性結合器の長さLは式(数1)及び式(数2)の値 が波長の1/4になるように設定されているので、等分 (1対1)分配された光が第1及び第2の出力導波路か ら取り出される。もちろん、本発明は分岐比が1対1の ものに限定されるものではなく、様々な分岐比のものに 適用できることは明らかである。本実施例の方向性結合 器にポリイミド光波長板を用いた偏波変換器を使用した 場合、分岐比に偏波依存性は見られず、過剰損失は0. 3 d B であった。

【0054】実施例6

図18は第<u>6</u>の実施例を示す図であり、本発明の偏波変 換器を位相変調器に適用したものである。すなわち図1 8は、本発明による偏波無依存の導波型位相変調器を示 す模式図であり、符号3及び4は図10と同義であり、 22は+電極、23は-電極、24はLiNbO3基 板、25はTi拡散導波路を意味する。鏡面研磨を行っ たニオブ酸リチウム(LiNbO3)基板にチタン(T i)膜を堆積し、パターニングした後、1000度程度

30

10 に高温雰囲気でTiを熱拡散させ光導波路を作製した。 更に金(Au)電極を導波路近傍に作製することにより 位相変調器を作製した。図に示す+電極と-電極の間に 電圧を印加すると電気光学効果によって導波路の屈折率 が変化する。しかし電気光学効果がもたらす屈折率の変 化は偏波依存性を持つため、光の受ける位相変化量も水 平偏波と垂直偏波で異なることになる。そこで、位相変 調器の中央に溝を作製し、その中にポリイミド1/2波 長板を挿入した。偏波変換器としてのポリイミド1/2 波長板を、その光学主軸が導波路基板と45度の角度を 波長板の特性等は実施例1と同じである。方向性結合器 20 なすように挿入することによって、偏波無依存の位相変 調器を実現した。本実施例で用いている溝と波長板の形 状、波長板の特性等は実施例1と同じである。ポリイミ ド光波長板を用いた偏波変換器を使用することによる過 剰損失は2.0dBであった。LiNbO³ 基板は石英 に比べて脆性が大きく、精密な溝加工は困難である。過 剰損失がこのように大きくなったのは、溝の加工精度の

> 不十分であることによると推定される。 【0055】 参考例9

図19は第<u>9の参考例</u>を示す図であり、本発明の偏波変

- 換器を偏波ビームスプリッターに適用したものである。 30 すなわち、図19は、本参考例による偏波無依存の導波 型偏波ビームスプリッタを示す模式図であり、符号4~ 13は図11と同義であり、36はポリイミド1/4波 長板を意味する。この導波型光デバイスは実施例2に示 したものと類似しているが、その第1の光路と第2の光 路の光路長差が使用波長の1/4波長(/4)である こと、光路に挿入するポリイミド光波長板が1/2波長 板ではなく1/4波長板であること、そして光波長板の 主軸の角度が45度でないことが異なる。第1の光路に
- 40 挿入した光波長板はその光学主軸が導波路基板と垂直に なっており、それゆえ偏波モード間の結合は無いが、垂 直偏波が水平偏波に比べて相対的に1/4波長長い光路 長を感じる。一方、第2の光路については1/4波長板 の光学主軸を導波路基板に対して並行に挿入しているた め水平偏波が垂直偏波に比べて相対的に1/4波長長い 光路長を感じる。また元々の回路設計で第2の光路が第 1の光路よりも1/4波長長くなっているために各モー ドの光路長は以下に羅列するようになる。

第1の光路の垂直偏波 50 第1の光路の水平偏波

+ /4

10

31

第2の光路の垂直偏波 + /4 第2の光路の水平偏波 + /4+ /4 よって垂直偏波は2つのアーム導波路の光路長差がない ために第1の入力導波路から入射するとクロスポートで ある第2の出力導波路から出力される。一方、水平偏波 はアーム導波路の光路長差が1/2波長あるために、第 1の入力導波路から入射するとスルーポートである第1 の出力導波路から出力される。すなわち、この回路は偏 波ビームスプリッタとして機能することになる。本参考 例で用いている導波路の寸法、作製条件、伝搬特性、溝 と波長板の形状等は実施例1と同じである。ポリイミド 1 / 4 波長板は参考例 2 で作製したものを用いた。第1 の入力導波路から垂直偏波を入射したところ、出射光は クロスポートである第2の出力導波路から出力され、-方、第1の入力導波路から水平偏波を入射したところ、 出射光はスルーポートである第1の出力導波路から出力 された。ポリイミド光波長板を用いた偏波変換器を使用 することによる過剰損失は0.3 d B であった。 【0056】なお、本実施例では1/4波長板を2枚用 いる方法を示したが、一枚の1/2波長板を、その光学 主軸が導波路基板に水平あるいは垂直になるように挿入 し、熱光学位相シフタなどの位相制御器を合せて用いる ことによって、偏波ビームスプリッタを実現すことも可 能である。これを図20に示す。すなわち、図20は、 本発明による偏波無依存の熱光学位相シフタを用いた導 波型偏波ビームスプリッタを示す模式図であり、符号3 ~13は図11と同義、26は熱光学位相シフタを意味 する。熱光学位相シフタとは導波路表面に薄膜ヒータを 設け、これを加熱することによって導波路温度を制御 し、熱光学効果を利用して光の位相を制御するものであ 30 る。

【0057】 実施例7

図21は第<u>7</u>の実施例を示す図である。すなわち図21 は、本発明による偏波ビームスプリッタと磁性導波路を 用いた偏波無依存の光サーキュレータを示す模式図であ り、符号3、4及び6~9は図11と同義、27は第1 の偏波ビームスプリッタ、28は第1の偏波ビームスプ リッタの第1の出力導波路、29は第1の偏波ビームス プリッタの第2の出力導波路、30は磁性導波路、31 は磁性導波路からなる非相反素子、32は第2の偏波ビ ームスプリッタ、33は第2の偏波ビームスプリッタの 第1の入力導波路、34は第2の偏波ビームスプリッタ の第2の入力導波路を意味する。この導波型光デバイス は実施例6で示した偏波ビームスプリッタと磁性導波 路、及び本発明のポリイミド光波長板とから構成され る。

【0058】その動作原理をまず第1の入力導波路から 光を入射した場合について述べる。第1の入力導波路か ら入射された光は第1の偏波ビームスプリッタによっ て、垂直偏波はクロスポートである第1の偏波ビームス 50 32

プリッタの第2の出力導波路へ、また水平偏波はスルー ポートである第1の偏波ビームスプリッタの第1の出力 導波路へ透過する。各々の光は磁性導波路中でファラデ ー回転を受けて偏波面が45度回転するよう設計されて いる。更にポリイミド1/2波長板がその主軸を導波路 基板に対して22.5度傾けて配置してあるために、透 過光の偏波面は更に45度回転する。その結果、第1の 偏波ビームスプリッタの第1の出力導波路から出力され た水平偏波は垂直偏波に変換され第2の偏波ビームスプ リッタの第1の入力導波路に、一方、第1の偏波ビーム スプリッタの第2の出力導波路から出力された垂直偏波 は水平偏波に変換され第2の偏波ビームスプリッタの第 2の入力導波路に入射される。その後第2の偏波ビーム スプリッタで垂直偏波はクロスポートへ、水平偏波はス ルーポートへ透過するため、2つの偏波は合波されて第 2の出力導波路から出力される。結局、第1の入力導波 路から入射した光はその偏波状態に依存せず第2の出力 導波路から出力され、同様に第2の入力導波路から入射 された光は第1の出力導波路から出力される。次に入射

20 ポートを反対にして、第2の出力導波路から光を入射し た場合を考える。第2の偏波ビームスプリッタにより垂 直偏波はクロスポートである第2の偏波ビームスプリッ タの第1の入力導波路へ、一方、水平偏波はスルーポー トである第2の偏波ビームスプリッタの第2の入力導波 路へ透過する。その後各々の光がポリイミド1/2波長 板で偏波面が45度回転する。ここまでは相反素子の原 理からリバーシブルな動作であるが、磁性導波路は非相 反素子であるため、図21で光が左から右へ光が透過す る場合と反対に右から左へ光が透過する場合とでは偏波 面の回転方向が反対になる。このため第2の偏波ビーム スプリッタの第1の入力導波路から入射した垂直偏波は

垂直偏波のまま第1の偏波ビームスプリッタの第1の出 力導波路に透過され、第2の偏波ビームスプリッタの第 2の入力導波路から入射した水平偏波は水平偏波のまま 第1の偏波ビームスプリッタの第2の出力導波路に透過 する。これらの光は第1の偏波ビームスプリッタで合波 されて第2の入力導波路から出力される。同様に第1の 出力導波路から入射された光はその偏波状態に依存せ

ず、第1の入力導波路から出力される。すなわち、この 40 導波型光デバイスは偏波無依存のサーキュレータとして 機能することになる。また、このデバイスは第1の入力 導波路から光を入射させ、第2の出力導波路から光を取 り出すことによって、偏波無依存の導波路型アイソレー タとして機能することも付記しておく。本実施例で用い ている導波路の寸法、作製条件、伝搬特性、溝と波長板 の形状、波長板の特性等は実施例1と同じである。導波 回路の設計どおり、第1の入力導波路から入射した光は その偏波状態に依存せず第2の出力導波路から出力さ れ、また、第2の入力導波路から入射された光は第1の 出力導波路から出力された。一方、第1の出力導波路か

ら入射した光はその偏波状態に依存せず第1の入力導波 路から出力され、また第2の出力導波路から入射された 光は第2の入力導波路から出力された。ポリイミド光波 長板を用いた偏波変換器を使用することによる合計の過 剰損失は0.9dBであった。

【0059】 参考例10

図22は第10の参考例を説明するための図である。す なわち図22は、本参考例に用いられるポリイミド1/ 4 波長板と反射層を用いた偏波変換器を示す模式図であ り、符号1、2及び5は図10と同義、35は誘電体多 層膜、36はポリイミド1/4波長板を意味する。本導 波型光デバイスの原理は実施例1の偏波変換器と同じで あるが、その偏波変換をポリイミド1/4波長板と反射 膜を用いて行う点が異なっている。導波路端面に配置さ れたポリイミド1/4波長板はその光学主軸が導波路基 板に対して45度の角度をなすように接着されており、 また光波長板の導波路に接する面と対向する面には導波 光を反射させるための反射コートが施されている。本参 考例では誘電体多層膜を利用した反射コートを行った が、これは金属反射膜を利用することも可能である。本 参考例で用いている導波路の寸法、作製条件、伝搬特性 等は実施例1と同じである。入力導波路から入射した光 はポリイミド1/4波長板を透過し、誘電多層膜で反射 された後、再び1/4波長板を透過して出力導波路へ出 射する。結果として1/4波長板を2度透過するため、 1/2波長板を透過したのと同じ効果が得られることに なる。この偏波変換器の入力導波路に偏波保存のシング ルモード光ファイバを接続し、導波路基板に対して水平 方向の電界をもつ偏光(水平偏波)を入射したところ、 出力導波路からは導波路基板に対して垂直方向の電界を 30 もつ偏光(垂直偏波)が出射された。また同様に、垂直 偏波を入射したところ、出力導波路からは水平偏波が出 射された。水平偏波を垂直偏波に、また垂直偏波を水平 偏波に変換する効率を示す偏波変換度を測定したとこ ろ、30dBであった。本参考例の長所は、導波回路中 に光波長板を挿入するための溝の作製が必要ないことで ある。実施例6で示したように、LiNbO₃などの基 板は脆性が大きく精密な溝加工が困難である。本参考例 の方法はこのような基板に作製された導波型光デバイス への適用が有効と考えられる。なお、本参考例では入力 導波路と出力導波路は別々のものを用いたが、入力導波 路、出力導波路として同一の導波路を用いることも可能 であることを付記しておく。

【0060】比較例1

石英系の埋め込み型光導波路に幅100μm、深さ10 0 µmの溝を導波路方向に対して直角に切っておき、水 晶からなる波長1.55µmの1/2波長板(厚さ91) µm)を、その光学主軸が導波路基板に対して45度の 角度をなすように切断し、溝に挿入後、過剰損失を測定 したところ、4dBであった。

【0061】比較例2

直径4インチのシリコンウェハに、参考例1において作 製したポリアミド酸の溶液をスピンコート法により塗布 し、最高温度350 で熱イミド化を行った。このフィ ルムを基板からはく離し、短冊状に切り出して、引張り 試験機(インストロン)にかけ、室温状態のまま一軸延 伸を行ったが、約1%伸びたところで破断した。得られ たフィルムの膜厚は10.1µm、 nは0.0008 であった。このポリイミドフィルムを波長1.55µm

34

10 の1/2波長板として使用するためには約1mmの膜厚 とする必要があり、挿入損失は4dB以上と試算される ため、光波長板としての使用は不可能であることが判明 した。

[0062]

20

【発明の効果】本発明によれば、従来の無機単結晶材料 に代って、製造が容易で柔軟性があり、水晶を用いた光 波長板に比べて膜厚が薄いため挿入損失が少なく、しか も300 以上の高い耐熱性を持った光波長板を用いた <u>導波型光デバイスを</u>提供することができ、主に導波型光 デバイスの高性能化、低価格化と作製プロセスの効率化 といった点に寄与することができる。また実施例に示し たように様々な光導波回路に光波長板を挿入することに よってその機能、性能を向上させることができるばかり でなく、新しい型の導波型光デバイスの作製にも寄与す ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】光導波路に波長板を挿入した場合の、波長板の 厚さに対する過剰損失の依存性を示す図。

【図2】ポリイミドフィルムの屈折率異方性を表わす屈 折率楕円体に対する配向処理の効果を説明する図。

【図3】ポリアミド酸フィルムに吊り下げるおもりの重 量と得られる面内複屈折の関係を表わす図。 【図4】熱イミド化における昇温速度と得られる面内複 屈折の関係を表わす図。 【図5】熱イミド化における最高温度と得られる面内複 屈折の関係を表わす図。

【図6】熱イミド化におけるポリイミドフィルムの最大 の伸びと得られる面内複屈折の関係を表わす図。

【図7】面内複屈折を有するPMDA/TFDBフィル 40 ムの、光透過性とリターデーションの波長依存性を表わ す図。

【図8】面内複屈折を有するPMDA/ODAフィルム の、光透過性とリターデーションの波長依存性を表わす 図。

【図9】ポリアミド酸溶液のスピンコート回転数とポリ イミドフィルムのリターデーションの関係を表わす図。 【図10】本発明によるポリイミド1/2波長板を用い た偏波変換器を示す模式図。

【図11】本発明によるマッハツェンダー干渉計を用い 50 た偏波無依存の導波型光合分波器を示す模式図。

【 🗵 2】図11の導波型光合分波器の分波特性を示す 叉。

35

【図13】本発明による偏波無依存の導波型リング共振 器を示す模式図。

【図14】図13の導波型リング共振器の特性を示す 図。

【図15】本発明によるアレイ導波路回折格子を用いた 偏波無依存の導波型光合分波器を示す模式図。

【図16】図15の導波型光合分波器の分波特性を示す 図。

【図17】本発明による偏波無依存の導波型方向性結合 器を示す模式図。

【図18】本発明による偏波無依存の導波型位相変調器 を示す模式図。

【図19】<u>参考例</u>による偏波無依存の導波型偏波ビーム スプリッタを示す模式図

【図20】本発明による偏波無依存の熱光学位相シフタ を用いた導波型偏波ビームスプリッタを示す模式図。

【図21】本発明による偏波ビームスプリッタと磁性導 波路を用いた偏波無依存の光サーキュレータを示す模式 20 叉。

【図22】参考例によるポリイミド1/4波長板と反射*

【図1】

* 層を用いた偏波変換器を示す模式図。 【符号の説明】

1:入力導波路、2:出力導波路、3:ポリイミド1/ 2 波長板、4:溝、5:シリコン基板、6:第1の入力 導波路、7:第2の入力導波路、8:第1の出力導波 路、9:第2の出力導波路、10:第1の方向性結合 器、11:第1の光路、12:第2の光路、13:第2 の方向性結合器、14:入力ファイバ、15:リング導 波路、16:出力ファイバ、17:第1のスラブ導波

36

路、18:第2のスラブ導波路、19:チャンネル導波 10 路、20:アレイ導波路、21:方向性結合器、22: + 電極、23:- 電極、24: LiNbO3 基板、2 5: T i 拡散導波路、26:熱光学位相シフタ、27: 第1の偏波ビームスプリッタ、28:第1の偏波ビーム スプリッタの第1の出力導波路、29:第1の偏波ビー ムスプリッタの第2の出力導波路、30:磁性導波路、 31:磁性導波路からなる非相反素子、32:第2の偏 波ビームスプリッタ、33:第2の偏波ビームスプリッ タの第1の入力導波路、34:第2の偏波ビームスプリ ッタの第2の入力導波路、35:誘電体多層膜、36: ポリイミド1/4波長板

【図2】

. 🗖

.D'

30

40

50

[]...

20

昇温速度 (°C/分)

10



0.06

0.02 Δn

> 0.00 0

面

内

複 0.04

屈 折





【図7】





【図9】







【図11】



【図16】





























【図19】



【図20】







フロントページの続き

(72)発明者 井上 靖之 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号 (56)参考文献 特開 平5-19247 (JP,A) 日本電信電話株式会社内 特開 平2-160204 (JP,A) 特開 平4-241304 (JP,A) 特開 平3-134602(JP,A) 1 "Optical Anis otropy of Polyimid e", Journal of Appl ied Polymer Scienc e, 1990, vol. 41, p2049~2058 2 "Thin flexibl e waveplate of flu orinated polyimid ",Electronics Let ters, 1993, vol. 29, no. 24, p2143~2145 3 "Temperature stabilized optical waveguide modulat or "Optical and Qua ntum Electronics, 1978, vol.10, no.3, p205~ 210 (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名) 5/00 - 5/136 G02B

G02B

G02F

6/00 - 6/00

1/00 - 1/125

351