

고주파 스퍼터링에 의한 Er³⁺:SiO₂ 박막 제작 특성 (The characteristic of Er³⁺:SiO₂ thin film preparation by rf sputtering method)

최영복* 한국통신 선로기술연구소

조승현 광운대학교 전자재료공학과

정성훈 광운대학교 전자재료공학과

문동찬 광운대학교 전자재료공학과

Young-Bok Choi*	Outside Plant Technology Research Laboratory, Korea Telecom
Seung-hyun Cho	Dept. of Electronic Materials Eng., Kwangwoon University
Sung-hoon Chung	Dept. of Electronic Materials Eng., Kwangwoon University
Dong-Chan Moon	Dept. of Electronic Materials Eng., Kwangwoon University

Abstract

고주파 반응성 스퍼터링 방법을 사용하여 희토류가 첨가된 SiO₂ 박막을 제작하여 특성을 조사하여, 양질의 희토류 원소가 첨가된 SiO₂ 박막의 최적의 제작조건을 도출하고 Er-Al:SiO₂ 박막의 소자응용 가능성에 대하여 조사하였다. 열처리전의 Er의 농도는 EDS(Energy dispersing x-ray spectrometer)로 측정된 결과 0.77%로 농도를 나타내었고 코아층에 첨가된 Er은 균일하게 분포되었다. 크레드층의 굴절률은 633nm의 파장에서 측정하였을 때 1.458이었고 코아층의 굴절률은 동일 파장에서 1.558이었다. 굴절률 분포도 (Refractive Index Profile)는 계단형 굴절률 분포로 코아층/클레드 굴절률 차 $\Delta n_{ESI} = 0.1$ 였다.

1. 서 론

실리카에 희토류(Nd, Pr, Er, Ho, Sm등)에 첨가에 대한 이후의 연구는 주로 레이저(laser) 및 광증폭 매질로서 연구되어 왔으며, 희토류를 첨가한 평면도파로형 광증폭기에 대한 연구는 광섬유 증폭기의 상용화 후인 1990년대로서 이분야에 대한 기술적 진보는 빠르게 진행되고 있다.

본 논문에서는 고주파 반응성 스퍼터링 방법을 사용하여 희토류가 첨가된 SiO₂ 박막을 제작하여 특성을 조사하여, 양질의 희토류 원소가 첨가된 SiO₂ 박막의 최적의 제작조건을 도출하고 Er-Al:SiO₂ 박막의 소자응용 가능성을 타진해 보고자 한다.

2. 본 론

2-1. Er³⁺ 원소이용한 1.55 μ m대 증폭 원리

도파로 상에서 이원소 전자 배열은 [Xe](6s² 4f¹²)로서 유리에 있어서는 6s²로 부터 2개의 전자와 4f로부터 1개의 전자가 제거된 3가의 Er³⁺ 원소 상태가 된다. 에너지의 방출 및 흡수는 4f 전자셀에서 일어나게되며, 주요 에너지 레벨은 그림 1과 같다. 에너지 천이원리는 ⁴I_{15/2}의 기저 준위로 부터 ⁴I_{13/2} 이상의 에너지 준위로 여기된 전자가 방사방출 또는 포논(phonon) 방출(열에너지) 등을 통하여 준안정화 상태인 ⁴I_{13/2} 에너지 준위로 떨어지게된다. 이상태에서의 전자는 자연방출 또는 유도방출을 통하여 기저 상태로된다. 전자를 기저상태에서 여기상태로의 여기(pumping)는 펌핑광원을 이용한다. Erbium원소의 준안정화 상태의 붕괴시간은 약 10ms 이므로 증

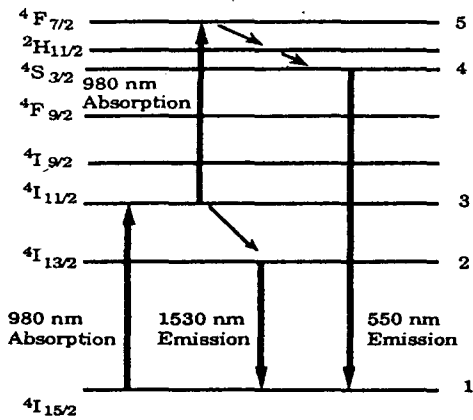


그림 1 에르븀이온의 흡수 에너지 준위

폭이 되기 위한 점유도 반전(population Inversion)은 적절한 여기 광출력에 의해서 가능하다. 그림 2는 실리카 내에서 희토류 이온의 존재를 보여준다.

2-2. 평면도파로형 광증폭기의 제조 방법

평면도파로형 광증폭기를 만드는 공정은 평면도파로를 만드는 것과 희토류원소의 도핑 방식도 여러 방법이 있다. 현재 진행중인 연구방향은 제조법, 기판 재료, 희토류원소, 희토류 첨가방법이다. 그러나 기본적으로 추구하는 방향은 에르븀 첨가 평면도파로형 광증폭기(EDPA)인데, 이것은 길이에 제한을 받기 때문에 양호한 signal과 고이득을 얻기 위해서는 도핑의 농도를 높여야한다. 도핑 비율을 높이기 위해 많은 방법이 연구 진행중이나 각 방법 마다 0.5 wt% 이상 얻기가 어렵다. 비록 고농도의 Er이 첨가되도록 만들어도 Er이온이 서로 상호 작용에 의하여 cluster를 형성하게되며 이는 양자효율을 떨어뜨리는 upconversion 현상을 발생하여 광증폭기를 제작 할 때 효율을 감소시킨다. 또한 후박공정인 FHD 방법은 평면도파로(PLC)와 기상법에 의한 Er-doping 기술면에서 가장 우수한 방법중에 하나이나 실리카를 고밀화하기 위해서 고온에서 열처리해야하므로 기판을 실리콘과 석영을 사용할때는 크게 문제가 되지 않지만 OEIC 기판재료로 많이 사용되는 GaAs InP, 저가격 재료인 소다 유리와 같은 열팽창이크고 휘발

성이 있고(V족 원소) 녹는점이 낮은 재료에서는 고온 열처리에 문제를 발생시킨다. 이러한 단점을 저온 증착방법인 스퍼터링 방법을 사용한다면 해결할 수 있다.

3. 실험

본 실험에서는 고주파 스퍼터링 장치(ANELVA SPF-210)를 사용하여 Er-Al : SiO₂ 박막을 제작하였다. 타겟은 직경이 10cm로 희토류의 농도 조절을 위하여 액상법을 사용하여 실리카 슈트를 900℃로 가열하여 슈트층을 타겟에 집착하여 제작하였다. 이 상태는 완전한 유리상태가 아닌 불완전한 스폰지 형태의 결정 상태이므로 희토류 침투 및 농도 조절이 용이하다.

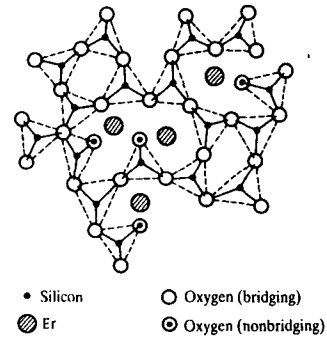


그림. 2 실리카 내에 에르븀이온

이 방법은 Er 원소 및 Al 원소를 용매(물, 알코올 등)에 녹여서 Porous한 슈트(Soot) 상태의 첨가하는 방식으로서 기존의 광섬유형 광증폭 제조법과 동일하다. cluster효과를 방지하고 굴절률을 높여 코어층을 형성하기 위하여 Co-doping 물질로 Al을 사용하였고 glow 방전 가스로 99.999%의 아르곤 가스를 사용하였다. 기판으로는 3인치 Si(100) 웨이퍼를 사용하였다. 스퍼터링을 수행하기 위하여 진공도를 2x 10⁶ Torr 이하로 배기시킨 후에 아르곤 가스를 4x10⁴ Torr가 되도록 주입하여 glow 방전을 형성하였

다. 양질의 박막을 형성하기 위하여 1시간 정도 pre-heating을 하였다. 플라즈마에 의하여 타겟과 기판 지지대가 가열되는 것을 방지하기 위하여 냉각수를 순환시켜서 약 30℃정도를 유지하였다. 기판제작은 추후 광도파로 제작을 위하여 실리콘 기판위에 und-ercladding 역할을 할 수 있도록 순수 SiO₂로 10μm의 두께로 증착하였다. 그 위에 준비된 타겟을 사용하여 8μm의 코어층을 형성하였다. 코어층 증착 후 잔여 수분과 Cl을 제거하기 위하여 ErCl₃의 1기압 온도인 900℃에서 1시간동안 산소 분위기에서 열처리하였다. 광특성 측정으로 굴절률은 ellipsometer, 증착구조, 표면과 단층 관찰은 XRD, 광학 현미경, SEM를 사용하였고, 에르븀과 부첨가물(Co-dopant)이 첨가된 SiO₂ 박막의 조성을 조사하기 위하여 SIMS,EDS 등을 사용하여 조사하였다.

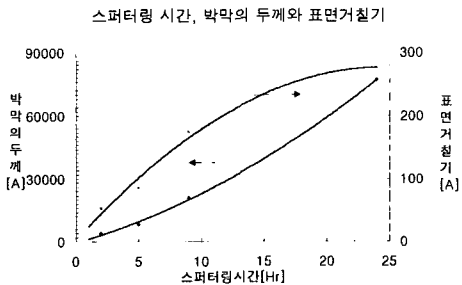


그림. 3 스퍼터링 시간과 박막의 두께 및 균일성

4. 결과 및 고찰

코어층에 증착된 박막은 어두운 적황색에서 두께의 증가와 함께 투명색으로 변하였으며 클래드층과 코어층의 증착속도는 동일하였고 평균 55Å/min이었다. 그림 3은 스퍼터링 시간과 박막의 두께를 나타낸 것으로 시간에 증가에 따라 증착 두께도 선형적으로 비례하였고 표면 roughness도 두께의 증가에 따라 증가하였으나 광도파로 형성에는 거의 영향을 주지 않을 만큼 우수하였다.

4-1 열처리 전 박막의 특성

에르븀 첨가 평면도파로형 광증폭기(EDPA)의 최

고의 효율을 얻기 위해서는 0.5%-1% 사이의 첨가가 가장 좋은 효율을 얻을 수 있다고 알려져 있다.

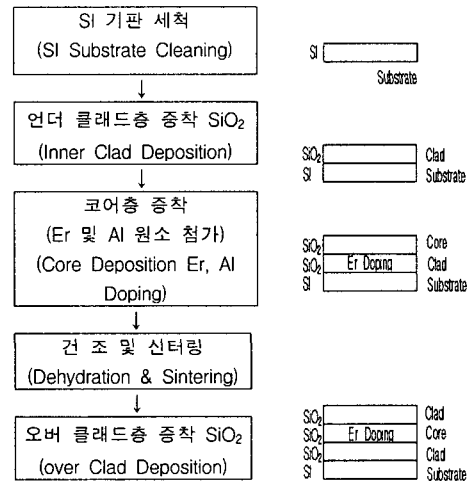


그림 4. 스퍼터링에 의한 에르븀 첨가 SiO₂광도파로

따라서 타겟을 제작할 때 0.5%의 Er이 도핑되게 제작하였으나 EDS(Energy dispersing x-ray spectrometer)로 측정된 결과 평균 0.77%(코어층의 대부분을 구성하고 있는 물질인 SiO₂에 대한 부첨가물들의 양을 질량비로 나타낸 것)로 다소 높은 농도를 나타냈다. 코어층내의 에르븀의 분포 상태를 알기 위하여, 임의로 4곳을 선택하여 측정하였다. 첨가된 Er 원소는 코어층에 거의 균일하게 분포되었다. Cl의 양이 비교적 많이 발견되었는데 Cl은 광도파로 제작시에 악영향을 주는 물질로 알려져있다. 보통 EDFA 제조에는 보이지 않는 Cl이 많이 나타난 것은 스퍼터링 방법이 저온 증착 방법이기 때문에 Cl이 남아있는 것으로 판단된다.

4-2 열처리 후 박막의 특성

그림6은 코어층 증착후 잔여 수분과 Cl을 제거하기 위하여 산소분위기에서 ErCl₃의 1기압 온도인 900℃에서 1시간동안 Annealing한 후 EDS로 농도를 측정하였다. 그림은 열처리 전 후의 결과를 비교한

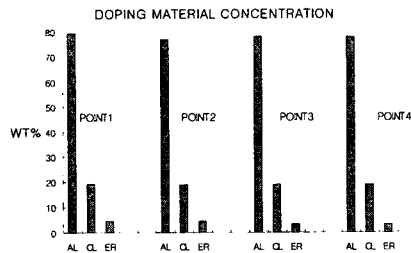


그림 5 코아층내의 에르븀의 분포(불순물인 Al 에 대한 첨가물들의 양을 질량비로 나타낸 것)

것이다. 열처리후 Cl은 3.79%에서 1.52%로 감소 시켰다.

Annealing한 박막을 SIMS(Secondary Ion Mass

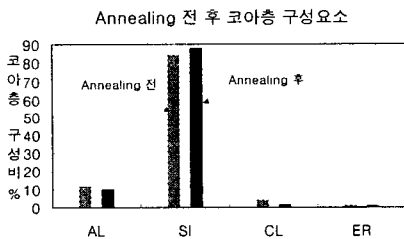


그림 6 열처리 전 후의 불순물첨가 결과 비교

Spectrometry)로 측정된 결과 Al, Si, O, C, Er 등의 peak가 나왔다. O,C의 등의 피크는 세척용해 성분으로서 세척 도중에 오염된 것이라 생각된다. 주사 전자현미경 SEM으로 표면과 단면을 관찰하였다. 박막 표면은 거울면으로 양호하게 증착되었음을 확인할 수 있었다. 크레드층의 굴절률은 633nm의 파장에서 측정하였을 때 1.458이었고 코아층의 굴절률은 동일 파장에서 1.558이었다. 코아층의 굴절률은 Er과 Al의 첨가에 의하여 높아진 것으로 사료되어진다. 굴절률 분포도 (Refractive Index Profile)는 계단형 굴절률 분포로 코아층/클래드 굴절률 차 $\Delta n_{ESI} = 0.1$ 에 해당된다.

5. 결론

코아층의 증착속도는 평균 55Å/min이었다. 전자현미경 SEM으로 표면과 단면을 관찰한 결과 박막 표면은

거울면으로 양호하게 증착되었음을 확인할 수 있었다. 열처리전의 Er의 농도는 EDS로 측정된 결과 0.77%로 농도를 나타내었고 코아층에 첨가된 Er은 균일하게 분포되었다. Cl은 스퍼터링 방법이 저온 증착 방법이 기 때문에 Cl이 남아있는 것으로 판단되며 Cl을 제거하기 위하여 산소분위기에서 $ErCl_3$ 의 1기압 온도인 900°C에서 1시간동안 Annealing하여 Cl을 감소시켰다. SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)에서는, Al, Si, Er 등의 peak가 관찰되었으며 O,C 등의 오염물질은 세척 도중에 오염된 것이라 생각된다. 크레드층의 굴절률은 633nm의 파장에서 측정하였을 때 1.458이었고 코아층의 굴절률은 동일 파장에서 1.558이었다. 코아층의 굴절률은 Er과 Al의 첨가에 의하여 높아진 것으로 사료되어진다. 굴절률 분포도 (Refractive Index Profile)는 계단형 굴절률 분포로 코아층/클래드 굴절률 차 $\Delta n_{ESI} = 0.1$ 에 해당된다.

참고 문헌

- [1]. T.L. Tansely and C.P. Foley, J. Appl. Phys. 59 (1986) 3241.
- [2]. J.B. MacChesney, P.M. Bridenbaugh and P.B. O'Connor, Mater. Res. Bull. 5(1970) 783.
- [3]. T.L. Tansely and C.P. Foley, Electron. Lett., 20 (1984) 1066.
- [4]. H.J. Hovel and J.J. Cuomo, Appl. Phys. Lett., 20 (1972) 71.
- [5]. B.R. Natarajan, A.H. Eltoukhy, J.E. Greene and T.L. Barr, Thin Solid Film 69 (1980) 201.
- [6]. K.L. Westra, R.P.W. Lawson and M.J. Brett, J. Vac. Sci. Technol., A 6 (1988) 2221730.
- [7]. K. Kubota, Y. Kobayashi and K. Fujimoto, J. Appl. Phys. 66 (1989) 2984.
- [8]. T.J. Kistenmacher, W.A. Bryden, J.S. Morgen, D. Dayan, R. Fainchtein and T.O. Poehler, J. Mater. Res., 6 (1991) 1300.
- [9]. A. Wakahara T. Tsuchiya and A. Yoshida, J. Crystal Growth 99. (1990) 385.