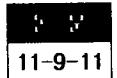


# 평면도파로형 광증폭기 제작을 위한 Er<sup>3+</sup>이 첨가된 SiO<sub>2</sub> 박막 특성



## The Characteristics of Er<sup>3+</sup> Doped SiO<sub>2</sub> Thin Film for the Fabrication of the Planar Light Waveguide Amplifier

최영복\*, 문동찬\*\*

(Young-Bok Choi, Dong-Chan Moon)

### Abstract

The objective of this paper is to provide experimental data of Er(rare-earth) doped SiO<sub>2</sub> thin film made by sputtering methods. The deposition rate of silica glass by sputtering method was 55Å/min. In EDS measurements, the average Er concentration in the deposited film was 0.77 (wt%). After annealing at 900°C, the Cl concentration decreased from 3.79(wt%) to 1.52(wt%). The refractive indices of the core n<sub>1</sub>, cladding n<sub>2</sub> were 1.458, 1.558 respectively at 632.8nm. The refractive index difference between core and cladding, Δn was 0.1. The refractive index profile of core and cladding interface shows step profile. In the study, SiO<sub>2</sub> glass films on Si wafer were successfully doped with active erbium. Therefore, this experimental data will be applicable for fabrications of Er doped planar integrated optical devices.

### 1. 서 론

실리카 유리에 희토류 금속(Nd, Pr, Er, Ho, Sm 등)을 첨가한 매질은 주로 레이저(laser) 및 광증폭 소자의 매질로서 연구되어 왔으며, 희토류를 첨가한 평면도파로형 광증폭기에 대한 연구는 광섬유 증폭기의 상용화 이후인 1990년대부터 이 분야에 대한 기술적 진보는 빠르게 진행되고 있다. 평면도파로형 광증폭기의 기본적인 원리는 광섬유 증폭기와 유사하며 평면도파로에 희토류를 첨가시킨 후 펄핑 광을 이용하여 신호파를 증폭시키는 것이다. 현 제조 기술로 거의 모든 면에서 광섬유 증폭기의 성능에는 떨어진다고 할 수 있다. 그러나 이런 모든 단점에도 불구하고 평면도파로형 광증폭기가 주목 받게 된 이유는 광섬유 증폭기와 달리 부피가 적고 실리콘 칩상에 다른 능동, 수동 소자와 함께 구현할 수 있다는 것이다. 이것은 광모듈의 크기를 줄이기

나 곧 다가올 가입자 정보화 고속도로(FTTH: fiber to the home)에 대비한 저 가격, 대량 생산에 있어서 매우 중요한 의미를 갖는다.

평면도파로형 광증폭기를 만드는 공정은 표 1에서 보듯이 평면도파로를 만드는 기술과 희토류 원소의 도핑방식에는 여러 방법<sup>1)-12)</sup>이 있다. 각 방식에 장단점이 있고 현재에도 계속하여 연구중이다. 진행중인 주요 연구방향은 평면도파로 제조법, 기판 재료, 희토류원소의 변경, 희토류와 부가 첨가물의 관계등이다.

본 논문에서는 고주파 반응성 스퍼터링 방법을 사용하여 희토류가 첨가된 SiO<sub>2</sub> 박막을 제작하고 특성을 조사하여, 추후 제작할 평면도파로형 광증폭기의 기본 자료로 활용하고자 한다.

### 2. 본 론

1) Er<sup>3+</sup> 원소를 이용한 1.55μm대 증폭 원리

도파로 상에서 에르븀 원소의 전자 배열은 [Xe](6s<sup>2</sup> 4f<sup>12</sup>)로서 유리에 있어서는 6s<sup>2</sup>로부터 2개의 전자와 4f로부터 1개의 전자가 제거된 3가의 Er<sup>3+</sup> 원소 상태가 된다. 에너지의 방출 및 흡수는 4f 전자 셀에서 일어나게 되며, 주요 에너지 레벨<sup>13)14)</sup>은 그

\* ; 한국통신 가입자망 연구소

\*\* ; 광운대학교 전자재료공학과

(서울시 노원구 월계동 447-1, Fax : 02-917-7745

E-mail : compl@daisy.kwangwoon.ac.kr)

1998년 1월 4일 접수, 1998년 7월 13일 심사완료

림 1과 같다.

표 1. 평면도파로형 광증폭기 제조공정

Table 1. The fabrication method of Er-doped silica planar waveguide

평면도파로제조기법	희토류첨가방법
HIPOX	ION IMPLANTATION
LPCVD	ION IMPLANTATION
PECVD	CHELATES
FHD	SOLUTION
	AEROSOL
	CHELATES
SPUTTER	RF SPUTTER
	ION BEAM
	ION IMPLANTATION
ION EXCHANGE	BULK
	ION IMPLANTATION
	ERBIUM
	COMPOSITE
MCVD	SOLUTION
	AEROSOL

에너지 천이원리는  $4I_{15/2}$ 의 기저 준위로부터  $4I_{13/2}$  이상의 에너지 준위로 여기된 전자가 방사방출 또는 포논(phonon) 방출(열에너지) 등을 통하여 준 안정화 상태인  $4I_{13/2}$  에너지 준위로 떨어지게 된다. 이 상태에서의 전자는 자연방출 또는 유도방출을 통하여 기저상태로 된다. 전자를 기저상태에서 여기상태로의 여기(pumping)는 펄핑광원을 이용한다.

Erbium원소의 준 안정화 상태의 붕괴시간은 약 10ms이므로 증폭이 되기 위한 밀도반전(Population Inversion)은 적절한 여기 광출력에 의해서 가능하다. 그림 2는 실리카 내에서 희토류 이온의 존재를 보여준다.

2) 평면도파로형 광증폭기 제조의 고려사항

에르븀 첨가 평면도파로형 광증폭기(EDPA: Erbium-Doped Planar Light waveguide Amplifier)는 화이버 증폭기(EDFA)와는 달리 길이에 제한을

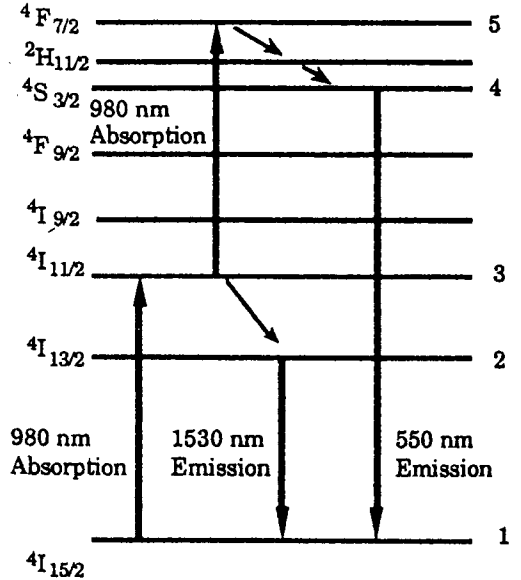


그림 1. 에르븀이온의 흡수 에너지 준위  
Fig. 1. Schematic of transition and Absorption of Energy level Er ion

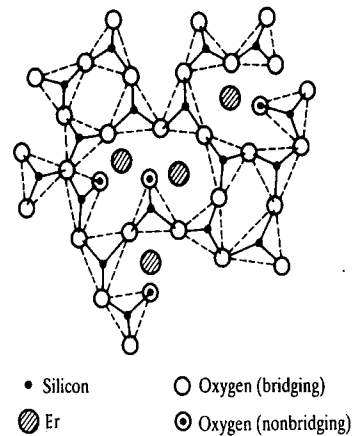


그림 2. 실리카 내에 에르븀이온  
Fig 2. Erbium ions in Silica Matrix

받기 때문에 양호한 signal을 얻기 위해서나 높은 이득을 얻기 위해서는 도핑의 농도를 높여야한다. Er의 도핑 비율을 높이기 위해 많은 방법이 연구 진행중이나, 각 방법마다 0.5 wt% 이상 얻기가 어렵다. 비록 고농도의 Er이 첨가되도록 만들어도 Er 이온이 서로 상호 작용에 의하여 cluster를 형성시키며, 이것은 Er이온 상호의 에너지 교환에 의하여

Nonradiative decay가 발생되어 양자효율을 감소시키며, Upconversion 효율<sup>15)16)</sup>이 높아져 1550nm 영역의 파장에서 양자효율을 감소하게 된다. 이러한 현상은 광증폭기를 제작할 때 제한 요소로 작용한다.

한편 후막공정인 FHD<sup>17)</sup>(Flame Hydrolysis Deposition) 방법은 평면도파로(PLC; Planar Lightwave Circuit)와 기상법에 의한 Er-doping은 기술면에서 가장 우수한 방법 중에 하나이나 실리콘의 고밀화를 위해서 1200°C 이상의 고온에서 열처리해야 하므로 기판을 실리콘과 석영을 사용할 때는 문제가 되지 않지만, OEIC(Opto electronic Integrated Circuit)기판재료로 많이 사용되는 GaAs, InP와 같은 열팽창이 크고, 휘발성이 있는(V족 원소) 물질과 저 가격 재료인 소다 유리처럼 녹는점이 낮은 재료에서는 고온 열처리 시에 문제를 발생시킨다. 이러한 단점을 비교적 저온 증착방법인 스퍼터링 방법을 사용한다면 해결할 수 있다.

3) 평면도파로 제조 실험

본 실험에서는 고주파 스퍼터링 장치(ANELVA SPF-210)를 사용하여 Er과 Al이 첨가된 SiO<sub>2</sub> 박막을 제작하였다. 타겟은 직경이 10cm로 희토류의 농도 조절을 위하여 액상법을 사용하여 실리콘 슈트를 900°C로 가열하여 슈트층을 타겟에 접착하여 제작하였다. 이 상태는 완전한 유리상태가 아닌 불완전한 스펀지 형태의 결정 상태이므로 희토류 침투 및 농도 조절이 용이하다. 이 방법은 Er 원소 및 Al 원소를 용매(물, 알코올 등)에 녹여서 Porous한 슈트(Soot) 상태의 첨가하는 방식<sup>18)</sup>으로서 기존의 광섬유형 광증폭기 제조법과 동일하다. Clustering에 의한 fast decay component를 줄여 1550nm대 파장에서 양자효율을 높이고, WDM을 적용을 목적으로 이득평탄화 하기 위하여 또한 굴절률을 높여 코어층을 형성하기<sup>19)20)21)</sup> 위하여 co-doping 물질로 Al을 사용하였다. glow 방전 가스로 99.999%의 아르곤 가스를 사용하였고 기판으로는 3인치 Si(100) 웨이퍼를 사용하였다. 표 2에서는 희토류가 첨가된 SiO<sub>2</sub> 박막의 증착 실험 조건을 나타내었다.

그림 3은 스퍼터링 장치도이다. 스퍼터링을 수행하기 위하여 진공도를 2×10<sup>-6</sup> Torr 이하로 배기시킨 후에 아르곤 가스를 4×10<sup>-4</sup> Torr가 되도록 주입하여 glow 방전을 형성하였다. 양질의 박막을 형성하기 위하여 1시간 정도 pre-heating을 하였다. 플라즈마에 의하여 타겟과 기판 지지대가 가열되는 것을 방지하기 위하여 냉각수를 순환시켜서 약 30°C정도를 유지하였다. 기판제작은 추후 광도파로 제작을 위하여 실리콘 기판위에 undercladding 역

표 2. 희토류가 첨가된 SiO<sub>2</sub> 박막의 증착 실험 조건

Table 2. The condition of Er-doped silica thin film

TARGET	99.99% Er-Al : SiO <sub>2</sub>
SUBSTRATE	Si(100)
SUBSTRATE TEMPERATURE	30°C
BASE PRESSURE	2×10 <sup>-6</sup> Torr
TOTAL PRESSURE	30mTorr
RF POWER	120W
REACTIVE GAS	99.999% Ar
TARGET ETCHING	Ar : 10min.
SPUTTERING DURATION	1hr ~ 24hr

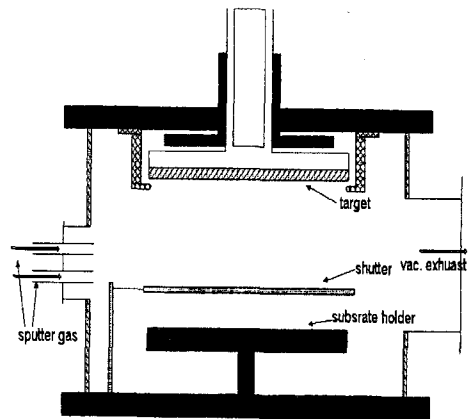


그림 3. 반응성 스퍼터링의 구조도  
Fig 3. The structure of the reactive sputtering system

할을 할 수 있도록 순수 SiO<sub>2</sub>로 10μm의 두께로 증착하였다. 그 위에 준비된 타겟을 사용하여 8μm의 코어층을 형성하였다. 그림 4는 광도파로 제조 과정이다.

굴절률은 광원으로 He-Ne 레이저(632.8nm)를 사용한 프리즘에 의한 굴절률 측정 방법<sup>22)</sup>을 사용하

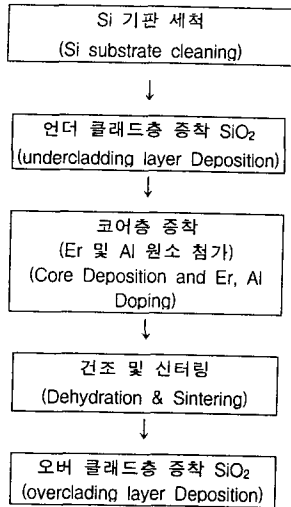


그림 4. 스퍼터링에 의한 에르븀 첨가 SiO<sub>2</sub> 광도파로 제조과정

Fig 4. The fabrication process of Er-doped silica planar waveguide

였고, 제작된 막의 구조적 특성은 XRD(X-ray Diffraction meter), 표면은 광학 현미경과 SEM(Scanning Electron Microscopy)를 사용하였다. 에르븀과 부첨가물(co-dopant)이 첨가된 SiO<sub>2</sub> 박막의 조성을 조사하기 위하여, SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)와 EDS(Energy dispersing x-ray spectrometer)를 사용하여 관찰하였다.

### 3. 결과 및 고찰

코어층에 증착된 박막은 어두운 적황색에서 두께의 증가와 함께 투명 색으로 변화하였으며 클래딩층과 코어층의 증착속도는 동일하였고 평균 55Å/min이었다. 그림 5는 스퍼터링 시간과 박막의 두께를 나타낸 것으로 시간에 증가에 따라 증착 두께도 선형적으로 비례하여 증가하였고 표면 거칠기(roughness)도 두께에 증가에 따라 증가하였으나 광도파로 형성에는 영향을 주지 않을 만큼 우수하였다.

#### 1) 열처리 전 박막의 특성

에르븀 첨가 평면도파로형 광증폭기의 최고의 효율을 얻기 위해서는 0.5wt%~1wt% 사이의 첨가가 가장 좋은 효율을 얻을 수 있다고 알려져 있다. 따라서 타겟을 제작 할 때 0.5wt%의 Er의 농도가 도

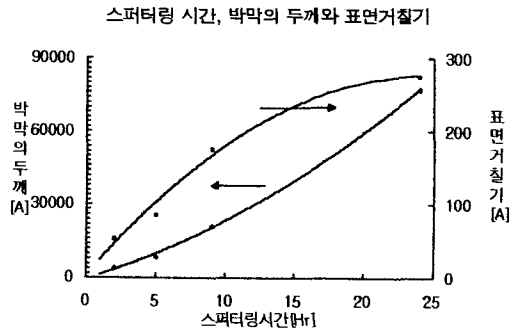


그림 5. 스퍼터링 시간과 박막의 두께 및 균일성  
Fig. 5. Thin film thickness and roughness as a function of sputtering time

파 되게 제작하였으나 EDS로 측정된 결과 평균 0.77wt%(코어층의 대부분을 구성하고 있는 물질인 SiO<sub>2</sub>에 대한 부 첨가물들의 양을 질량비로 나타낸 것)로 다소 높은 농도를 나타냈다. 코어층 내의 에르븀의 분포 상태를 알기 위하여, 임의로 4곳을 선택하여 측정된 결과이다. 그림 6에서 보듯이 첨가된 Er 원소는 코어층에 거의 균일하게 분포되었다. Cl의 양이 비교적 많이 발견되었는데 Cl은 광도파로 제작시에 악영향을 주는 물질로 알려져 있다. 보통 EDFA(Erbium-Doped Optical Fiber Amplifier) 제조에는 보이지 않는 Cl이 많이 나타난 것은 스퍼터링 방법이 저온 증착 방법이기 때문에 Cl이 남아있는 것으로 판단된다.

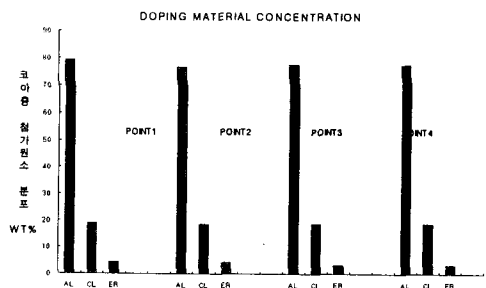


그림 6. 코어층내의 에르븀의 분포(불순물인 Al에 대한 첨가물들의 양을 질량비로 나타낸 것)

Fig. 6. Distribution of Er concentration at core after annealing by SIMS

#### 2) 열처리 후 박막의 특성

코어층 증착 후 도파로에 악영향을 주는 잔여 수

분과 Cl을 제거하기 위하여  $ErCl_3$ 의 1기압 온도<sup>23)</sup>인 900°C에서 1시간동안 산소 분위기에서 열처리하였다. 그림 7은 열처리한 후 EDS로 농도를 측정된 결과이다.

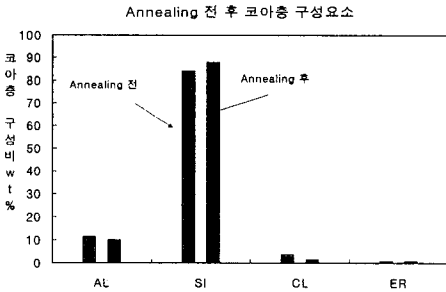


그림 7. 열처리 전후의 불순물첨가 결과 비교  
Fig. 7. Doping material at corea after Annealing

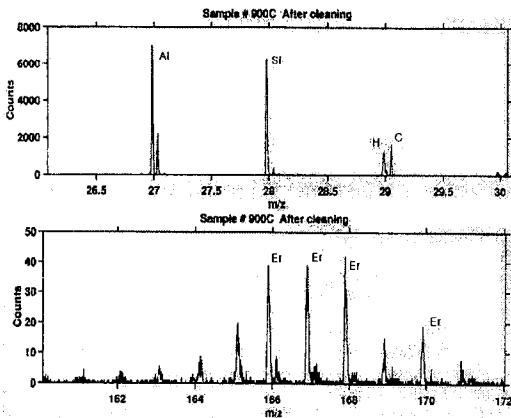


그림 8. Annealing 후 박막의 불순물 존재 (SIMS)  
Fig. 8. Er peaks at core after annealing by SIMS

열처리후 Cl은 3.79wt%에서 1.52wt%로 감소하였다. 본 실험에서는 Er의 도핑원료로  $ErCl_3$ 을 사용하였으나 도핑원료로  $Er_2O_3$ 을 사용하면 열처리를 하지 않거나 수분을 제거하기 위하여 저온에서 열처리만 하면 된다고 사료된다.

그림 8에서 보듯이 열처리한 박막을 SIMS로 측정한 결과 Al, Si, H, C, Er등의 peak가 나왔다. H, C의 등의 피크는 세척과정에서 발생한 오염물질로 세척 도중에 오염된 것이라 생각된다.

그림 9는 주사 전자현미경으로 표면을 관찰하였다. 박막의 표면은 거울 면으로 양호하게 증착되었음을 확인할 수 있었다. 클래딩층의 굴절률은

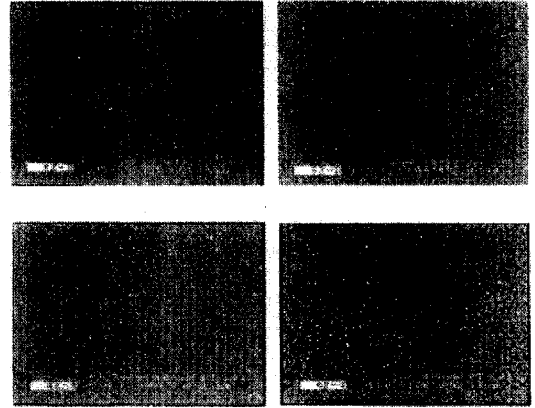


그림 9. 박막 표면의 표면 관찰(임의 4point 선택 : 주사 전자현미경)

Fig. 9. Surface images of the thin films by SEM

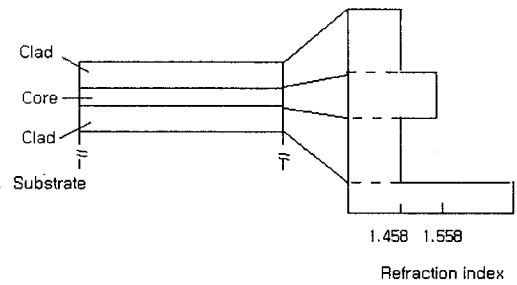


그림 10. 제작된 기관과 막의 굴절률 분포  
Fig. 10. Refractive index profiles of the fabricated thin film and substrate

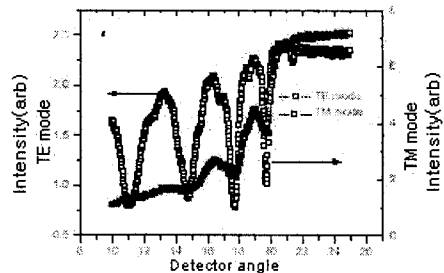


그림 11. 프리즘 방법으로 측정된 굴절률  
Fig. 11. Refractive index by Prism Coupling Method

632.8nm의 파장에서 측정하였을 때 1.458이었고 코아층의 굴절률은 동일 파장에서 1.558이었다. 코아층의 굴절률은 Er과 Al의 첨가에 의하여 높아진 것으로 사료되어진다. 굴절률 분포도는 계단형 굴절률 분포로 코아층/클래딩층 굴절률 차  $\Delta n$ 는 0.1에 해당된다. 제작된 기판의 모습과 굴절률 분포는 그림 10와 같다. 그림 11은 프리즘방법에 의한 굴절률 측정한 결과이다.

#### 4. 결 론

코아층의 증착속도는 평균 55Å/min이었다. 전자현미경과 SEM으로 표면과 단면을 관찰한 결과, 박막의 표면은 거울면으로 양호하게 증착되었음을 확인할 수 있었다. 열처리전의 Er의 농도는 EDS로 측정한 결과 0.77%로 농도를 나타내었고 코아층에 첨가된 Er은 균일하게 분포되었다. Cl은 스퍼터링 방법이 저온 증착 방법이기 때문에 Cl이 남아있는 것으로 판단되며 Cl을 제거하기 위하여 산소분위기에서  $ErCl_3$ 의 1기압 온도인 900°C에서 1시간동안 열처리하여 Cl을 감소 시켰다. SIMS 측정 결과, Al, Si, Er등의 peak가 관찰되었으며 H, C 등의 오염물질은 세척 도중에 오염된 것이라 생각된다. 클래딩층의 굴절률은 632.8nm의 파장에서 측정하였을 때 1.458이었고 코아층의 굴절률은 동일 파장에서 1.558이었다. 코아층의 굴절률은 Er과 Al의 첨가에 의하여 높아진 것으로 사료되어진다. 굴절률 분포도는 계단형 굴절률 분포로 코아층/클래딩층 굴절률 차  $\Delta n$ 는 0.1에 해당된다.

상기 결과는 스퍼터링 방법을 사용하여 회토류가 첨가된  $SiO_2$  박막 소자의 응용 가능성이 충분이 있음을 보여준다. 추후 열처리의 문제의 개선, 효율적인 도파로 제작에 대한 디자인 설계의 연구, 도핑의 연구 등이 필요하다고 사료된다. 또한 박막의 제조속도가 타 방법에 비하여 적다는 단점을 가지고 있으므로 증착속도를 증가시키는 연구도 필요하다.

#### 참 고 문 헌

1. A. Polman, D. C. Jacobson, D. J. Eaglesham, R. C. Kistler, and J. M. Poate, "Optical doping of wave-guide materials by MeV Er Implantation." *J. Appl. Phys.*, vol. 70, no. 7, pp.3778-3784, 1991.
2. K. Shuto, K. Hattori, T. Kitagawa, Y. Ohmori, and M. Horiguchi, "Erbium-doped phosphosilicate glass waveguide amplifier fabricated by PECVD." *IEE Electron. Lett.*, vol.29, no. 2, pp. 139-141, 1993.
3. T. Kitagawa, K. Hattori, M. Shimizu, Y. Ohmori, and M. Kobayashi, "Guided-wave laser based on erbium-doped silica planar lightwave circuit." *IEE Electron. Lett.*, vol. 27, no. 4, pp. 334-336, 1991.
4. J. A. Bebbington, G. Barbarossa, J. R. Bonar, and J. S. Althison, "Rare earth doped silica waveguides on Si fabricated by flame hydrolysis deposition and aerosol doping." *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 4, pp. 337-339, 1993.
5. R. Tummlinelli, F. Hakimi, and J. Haavisto, "Integrate-optic:Nd:glass laser fabricated by flame hydrolysis deposition using chelates." *Opt. Lett.*, vol. 16, no. 14, pp. 1098-1100, 1991.
6. J. Shmulovich, Y. H. Wong, O. Nykotak, P. C. Beaker, R. Adar, A. J. Bruce, D. J. Meuhner, G. Adams, and M. Fishteyn, "15dB net gain demonstration in  $Er^{3+}$  glass waveguide amplifiers on silicon." in *Proc. Conf. Opt. Fiber Commun., OFC'93*, San Jose, Ca. vol. III, Feb. 1993. postdeadline paper PD18, pp. 75-78.
7. M. Nakazawa and Y. Kimura, "Electron-beam vapour-deposited erbium-doped glass waveguide laser at 1.53 $\mu$ m." *IEE Electron. Lett.*, vol. 28, no. 22, pp. 2054-5056. 1992.
8. B. F. Schubert, A. M. Vredenberg, N. E. J. Hunt, Y. H. Wong, P. C. Beaker, J. M. Poate, D. C. Jacobsen, L. C. Feldman, and G. J. Zyzik, "Giant enhancement of luminescence intensity in Er-doped Si/SiO<sub>2</sub> resonant cavities," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 61, no. 12, pp. 1381-1383, 1992.
9. S. I. Najafi, W. Wang, J. F. Currie, R. Leonelli, and J. L. Brebner, "Fabrication and characterization of neodymium-doped glass waveguide." *IEEE Photon. Technol. Lett.*, vol.1, no. 5, pp. 109-110, 1989
10. E. Snoeks, G. N. van den Hoven, and A. Polman, "Optical doping of soda-lime-silicaic glass with erbium by ion implantation," *J. Appl. Phys.*, vol. 73, no. 12, pp. 8179-8183, 1993.
11. X. H. Zheng and R. J. Mears, "Planar optical

- waveguide formed by erbium ion exchange in glass," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 8, pp. 793-795, 1993.
12. W. J. Wang, S. I. Najafi, S. Honkanen, Q. He. C. Wu, and J. Glinski, "Erbium-doped composite glass waveguide amplifier," *IEE Electron, Lett.*, vol. 1. 28, no. 20, pp. 1872-1873, 1992
  13. Larsen.C, and K.Dybdal, "Fiber Laser and Amplifier" DOPS-NYT (in Danish), Vol . 1 , 1989, pp, 9-14
  14. Quimby R.S,W.J.Miniscalco and B. Thompson, "Excited state absorption at 980nm in Erbium doped silica glass" *Telhn. Dig of optical amplifier and their application OAA'92 santafe*, (1992) WE3, pp67-70
  15. Ainslie, B. J., S. P. Craig-Ryan, J. R. Davey, C. G. Atkins and R. Wyatt, "Optical Analysis of Erbium Doped fibers for Efficient Laser and Amplifier," *Proceeding of IOOC' 89*, paper 20A32, 1989.
  16. Desurvire, E.,J. L.Zyskind, and C.R.Giles, "Design optimization for Efficient Erbium-Doped Fiber Amplifiers" *IEEE Journal of lightwave Technology*, Vol. 8, No.11, 1990, pp. 1730-1741.
  17. J.A.Bebbington, *appl.Phy.letter* 62(1993)337
  18. W.J. Miniscalco "Erbium doped glasses for fiber - amplifier at 1550nm" *J.lightwave Technol*, Vol 9, No 2, 1991, pp234-250
  19. Hiroshi Murata, *Handbook of optical fibers and cable*, Marcel Dekker (1988) p21
  20. M. Nakahara, T. Edahiro, and N. Inagaki, Loss reduction in optical fibers, *Appl, Phys.*, 50(10) : 1006-1020(October 1981)
  21. R.D. Maurer and C. C. Schultz, U, S. Pat.Ser. No. 72325(September 15, 1970)(abandoned January 3, 1972).
  22. 전자통신연구소 광통신 수동부품 기술개발 1994 보고서 p273
  23. Ainslie,S.P Graig and S.T.Davey "The Absorption and fluorescence spectra of rare earth ions in silica-based monomode fiber" *IEEE Journal of lightwave Tech*, vol.6 No2, 1988 pp287-293