Journal of the Korean Ceramic Society
Vol. 39, No. 6, pp. 594~597, 2002.

실리카 광도파로의 Core 층인 Silicon Oxynitride 후막의 굴절률 제어

김용탁† · 조성민 · 윤석규 · 서용곤* · 임영민* · 윤대호
성균관대학교 신소재공학과
*전자부품연구원 광부품연구센터
(2002년 4월 19일 접수; 2002년 6월 1일 승인)

Refractive Index Control of Silicon Oxynitride Thick Films on Core Layer of Silica Optical Waveguide

Yong-Tak Kim†, Sung-Min Cho, Seok-Gyu Yoon, Yong-Gon Seo*, Young-Min Im* and Dae-Ho Yoon
Department of Advanced Materials Engineering, Sungkyunkwan University, Suwon 440-746, Korea
*Optical Telecommunication Research Center, Korea Electronics Technology Institute, Pyungtaek 451-865, Korea
(Received April 19, 2002; Accepted June 1, 2002)

초 록

플라즈마 화학기상증착(PECVD)법을 이용하여 p-type Si(100) 웨이퍼에 Silicon Oxynitride(SiON) 후막을 SiH_4, N_2O, N_2 가스를 혼합하여 증착하였다. Prism coupler 측정을 통해 SiON 후막의 굴절률 1.4620~1.5312을 얻었으며, rf power가 180 W에서 5.92 μm/h의 증착률을 나타내었다. 증착변수에 따른 화학적 조성의 영향은 X-ray Photoelectron Spectroscopy(XPS)을 통하여 관찰하였다. 또한, SiON 후막 증착후에 1.5 μm 부근의 흡수띠를 제거하기 위해 1050°C의 N_2 분위기에서 2시간 동안 열처리를 행하였다.

ABSTRACT

Silicon Oxynitride(SiON) thick films on p-type silicon(100) wafers have obtained by using plasma-enhanced chemical vapor deposition from SiH_4, N_2O and N_2. Prism coupler measurements show that the refractive indices of SiON layers range from 1.4620 to 1.5312. A high deposition power of 180 W leads to deposition rates of up to 5.92 μm/h. The influence of the deposition condition on the chemical composition was investigated using X-ray photoelectron spectroscopy. After deposition of the SiON thick films, the films were annealed at 1050°C in a nitrogen atmosphere for 2 h to remove absorption band near 1.5 μm.

Key words* : *PECVD, Silicon oxynitride, Annealing, Silica optical waveguide

1. 서 론

수동 광소자는 실리콘을 기판으로 한 실리카 광접적회로로 InP/GaAs나 $LiNbO_3$ 등의 광전 반도체 및 전기광학 집적회로에 비하여 재질 특성이 수동적이므로 능동 광소자를 제작하는데 어려움이 있다.[1] 그러나 실리카 광도파로는 광섬유와 동일한 재료로서, 광손실이 0.01 dB/cm 이하로 재질의 광학적 특성이 우수하고, 온도, 습도 등의 환경 변화에 재질 특성이 안정하고, 기존 전자소자공정을 이용한 다량생산, 범용, 저가격화가 가능하고, 도파모드가 광섬유와 유사하여 광섬유와 저손실 연결이 가능하다.[2,3] 이러한 실리카를 이용한 평판형 광도파로 소자의 제작에 관한 연구는 FHD(Flame Hydrolysis Deposition),[4] CVD (Chemical Vapor Deposition),[5,6] ion implantation,[7] sputtering,[8] sol-gel[9]법 등에 의해 이루어지고 있다. FHD법의 경우 고속의 증착속도를 갖는 장점이 있는 반면, 박막과 기판으로 사용되는 실리콘 기판과의 열팽창계수 차이로 인해 실리콘 기판이 변형되거나 박막에 응력이 유기되어 복굴절을 야기시키며, 휘발성이 매우 높은 염화물만 사용이 가능하다는 제약을 받는다. CVD법의 경우 양질의 막을 얻을 수 있고 표면이 미려하다는 장점을 갖고 있지만, 증착률이 느리고 N-H 결합과 Hydrogen 기를 포함하고 있어 흡수손실을 일으키는 단점을 가지고 있다. 또한, sol-gel 법의 경우 저온(<100°C) 합성이 가능하며 균질성과 생산효율의 향상등의 장점을 가지고 있지만 carbon과 OH기 그리고 미세한 기공이 잔류한다는 단점을 내포하고 있다. 한편, PECVD 법의 경우 증착된 막의 표면이 상당히 미려하며 높은 증착률과 변수제어에 따른 굴절률제어가 용이하며 thermal oxidation과 비교하여 저온(<350°C) 공정이 가능하다는 장점을 가지고 있다.

†Corresponding author : Yong-Tak Kim
E-mail : ytkim@mail.skku.ac.kr
Tel : +82-31-290-7388 Fax : +82-31-290-7371

실리카 광도파로의 core 층으로 사용되는 Silicon Oxynitride(SiON) 막은 증착 변수의 변화에 따라 굴절률 제어가 가능하여 0.3~1.5% 광도파로 구현이 가능하며 nitrogen, fluorine, phosphorous와 germanium 등의 도펀트를 사용되는 용도에 따라 적절히 혼입하여 제조되고 있다.[10,11] 한편, cladding 층과 core 층의 굴절률 차이(Δn)가 0.1~0.5일 경우 낮은 손실을 얻기가 상당히 어렵다. 이러한 손실의 크기는 Δn^2에 비례하며 막을 구성하고 있는 경계에서 interface roughness에 의한 손실과 두께와 굴절률의 inhomogeneity, 후막 형성시 particles의 형성으로 인해 scattering 손실이 발생되며, N-H, O-H, Si-H 또한 흡수손실을 일으키는 원인이 된다.[12]

따라서, 본 연구에서는 실리카 광도파로의 core 층을 위한 SiON 후막을 PECVD법을 이용하여 RF power에 따른 특성변화를 고찰하였고, N-H 결합과 Hydrogen기 등으로 인한 흡수손실을 최소화 하기 위하여 열처리를 수행하였으며, 열처리 전·후의 광학적 특성을 비교 분석하였다.

2. 실험방법

SiON 후막 증착장비로 Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition(PECVD)법을 이용하였으며, 본 장비는 증착을 위한 reaction chamber와 시편 취조실인 load/unload chamber로 구성되어 있다.[13] 13.56 MHz의 RF power source를 사용하였으며 평행 평판형 전극구조로 막을 균일하게 성장시키기 위하여 마주보는 전극으로부터 샤워 형태로 원료기체를 분사하였다. 또한 막 부착면이 아래를 향한 deposition-up 방식으로 되어 있다. 증착을 위한 시편으로 p-type Si(100) 웨이퍼가 사용되었으며, 증착하기 전에 N_2 플라즈마 전처리를 행하였다. 실험을 위한 증착조건은 RF power를 변수로 하고, 작업진공도와 substrate 온도 그리고 $SiH_4/(N_2O+N_2)$ 유량비는 각각 0.9 torr, 320°C, 0.17에서 수행하였다. 또한 증착된 시편은 N_2 분위기에서 1050°C의 고온으로 2 h 동안 열처리를 행하였다.

증착된 SiON 후막의 분석방법으로 prism coupler(Metricon 2010)를 이용하여 632.8 nm에서 굴절률과 증착률을 측정하였으며, X-ray Photoelectron Spectroscopy(XPS, Perkin-Elmer PHI 5700 surface analysis)을 이용하여 막의 정성, 정량분석을 하였고, 최적의 증착조건에서 Scanning Electron Microscopy(SEM, Leica SEM 360)와 Atomic Force Microscopy(AFM, Thermo Microscope proscan 1.6)을 통하여 cross-section과 surface roughness를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

열처리 전·후로 하여 rf power의 변화에 따른 증착률의 변화를 Fig. 1에 나타내었다. Rf power가 증가함에 따라 증착률이 증가하는 경향을 나타내었으며 180 W에서 열처리 전·후로 각각 6.69 μm/h와 5.92 μm/h의 증착률을 나타내었다. 낮은 rf power(60~90 W)에서는 열처리 전·후로 비슷한 경향을 나타내다가 120 W 이상에서는 열처리 후의 경우 열처리 전의 경우에 비해 증착률이 감소하였는데, 이는 N-H, Si-H 결합의 감소와 hydrogen기의 이탈로 사료된다. 높은 rf power(120~180 W)에서는 증착되기 위한 소스의 양이 한정되어 있기 때문에 rf power가 증가함에 따라 증착률의 증가폭이 감소함을 관찰할 수 있었으며, 위의 증착 조건 중 120 W에서 증착 후 열처리를 통하여 굴절률 1.4732와 증착률 5.7 μm/h를 갖는 고품질의 SiON 후막을 SEM 분석을 통하여 cross-section을 Fig. 2에 나타내었다.

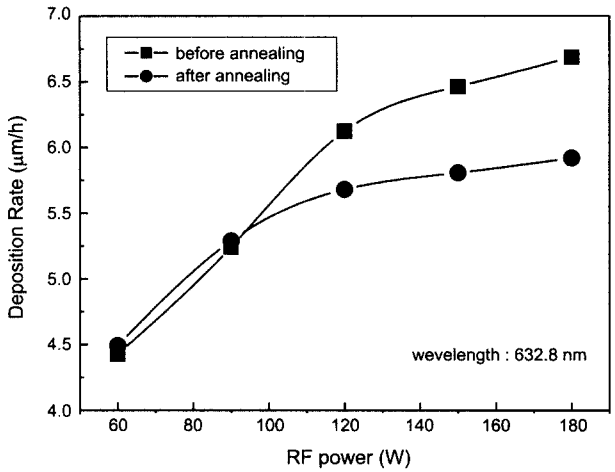

Fig. 1. Deposition rate at λ=632.8 nm of before and after annealing as a function of rf power.

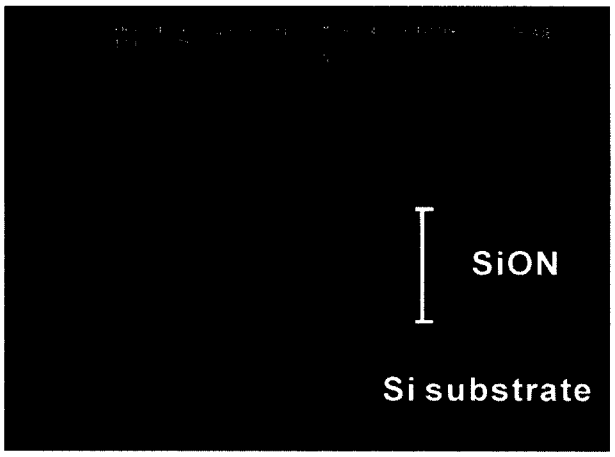

Fig. 2. SEM photograph for a SiON thick film.

Fig. 3에는 열처리 전 시료와 열처리를 한 시료의 rf power의 변화에 따른 굴절률(n)의 변화를 나타내었다. 측정한 시료는 열처리 조건에 관계없이 모두 rf power가 증

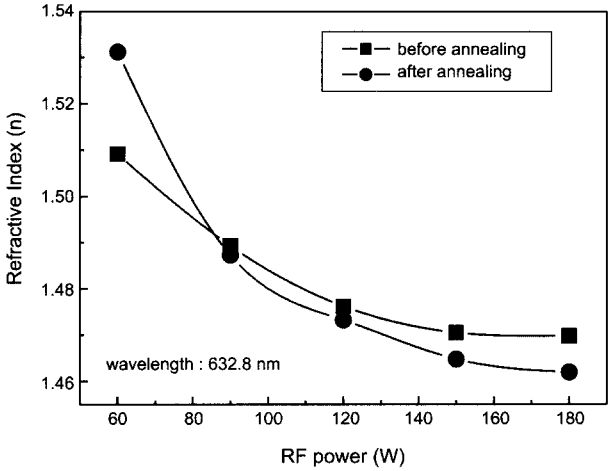

Fig. 3. Refractive index at λ=632.8 nm of before and after annealing as a function of rf power.

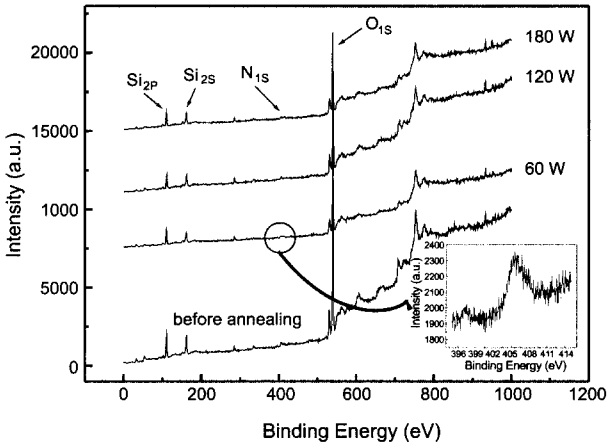

Fig. 4. Wide scan XPS spectra of SiON thick films deposited under different rf power.

Table 1. Atomic Concentration of SiON Thick Films Deposited under Different RF Power

RF power	Oxygen (at %)	Silicon (at %)	Nitrogen (at %)	Remark
60 W	59.57	37.48	2.95	After annealing
120 W	61.35	36.43	2.22	
180 W	62.75	34.30	1.92	
120 W	52.23	44.73	3.04	Before annealing

가함에 따라 굴절률이 감소하는 경향을 나타내었다. 낮은 rf power(60 W)의 경우, 열처리를 시행하지 않은 것에 비하여 열처리 후의 굴절률이 1.5092에서 1.5312로 0.022 증가하였는데, 열처리함에 따라 막 속에 내재되어 있던 기공이나 hydrogen기와 같은 결합들이 밖으로 배출됨에 따라 막이 치밀해진 결과로 사료된다. 한편, 90 W에서 180 W까지 rf power가 증가함에 따라 측정한 시료는 열처리 조건에 관계없이 굴절률이 감소하였으며, 열처리한 경우 rf power가 증가할수록 굴절률의 감소폭 또한 증가하였다. 따라서, 열처리 함에 따라 막 속에 결합되어 있던 N-H, Si-H 결합과 PECVD 공정중에 나타나는 hydrogen 기의 이탈로 굴절률이 감소한 것으로 사료되며, 이에 대한 정성, 정량적인 분석은 XPS 분석에서 자세히 고찰하였다.

Fig. 4에는 증착된 SiON 막의 정성분석을 위해 XPS 분석을 통하여 다른 rf power에서 wide scan 결과를 나타내었다. 분석전에 표면의 산화막을 제거하기 위해 Ar sputter를 통하여 30 min 동안 수행한 후 분석을 행하였다. 모든 시편에 silicon(Si_{2p})과 oxygen(O_{1s}) peak는 확연히 구분 되었으며, nitrogen(N_{1s})의 경우 미세한 peak가 확인되었다.

Table 1은 열처리 전 · 후의 SiON 막의 narrow scan을 통하여 원소의 정량분석을 나타내었다. Rf power가 증가함에 따라 oxygen 량은 59.57~62.75 at%로 증가하였으나, nitrogen 량은 2.95~1.92 at%로 상대적으로 감소하는 경향을 나타내었다. K. Kapser *et al.*[14]에 따르면 rf power가 증가함에 따라 O/N 비가 증가하여 굴절률이 감소하는 경향을 나타낸다고 보고하였으며 이에 대한 성장기구 해석은 다음과 같다.

$$N_2O \rightarrow O + N_2 \quad (1)$$

$$N_2O + O \rightarrow 2NO \quad (2)$$

$$NO + O \rightarrow NO_2 \quad (3)$$

(1)의 경우 rf power가 낮을 때 N_2O 분자에서 oxygen 원자를 분리하는 과정에 해당하며, 이때 분리되어 생성된 oxygen 원자는 막을 형성하는데 사용되거나 (2)의 경우와 같이 N_2O 분자와 결합하여 NO 라디칼을 생성시키는데 사용된다. Rf power가 높을 경우 N_2O 분자에서 oxygen 원자의 생성률이 증가하여 결국에는 NO 라디칼과 결합하여 NO_2 라디칼을 생성하게 된다. 즉, rf power가 증가함에 따라 2NO에서 NO_2로 변함에 따라 O/N 비가 증가하기 때문에 굴절률이 감소하는 것으로 사료된다. 본 연구의 결과에서도 이와 비슷한 경향을 나타내었다. 또한 silicon의 경우 37.48~34.30 at%로 감소하는 현상을 나타내었으며, Fig. 3에서 rf power 증가에 따른 굴절률의 감소와 열처리 전 · 후의 굴절률의 감소 원인은 Table 1의 oxygen의 증가와 nitrogen이 감소 그리고 silicon의 감소 결과로 확인할 수 있었다.

따라서, 위의 분석을 통하여 rf power가 감소함에 따라 SiO_2(n=1.46)에서 SiON(n=1.53)으로 막의 특성이 변화함을 관찰하였고, rf power가 막 증착시 중요한 인자임을 확인하였다.

SiON 후막을 core 층으로 사용하여 낮은 손실을 갖는 waveguide를 제조하는데 있어서 두가지 문제점이 제안되고 있다. 첫번째로는 scattering loss이다. 이러한 scattering loss의 원인은 waveguide를 구성하는 buffer 층과 core 층

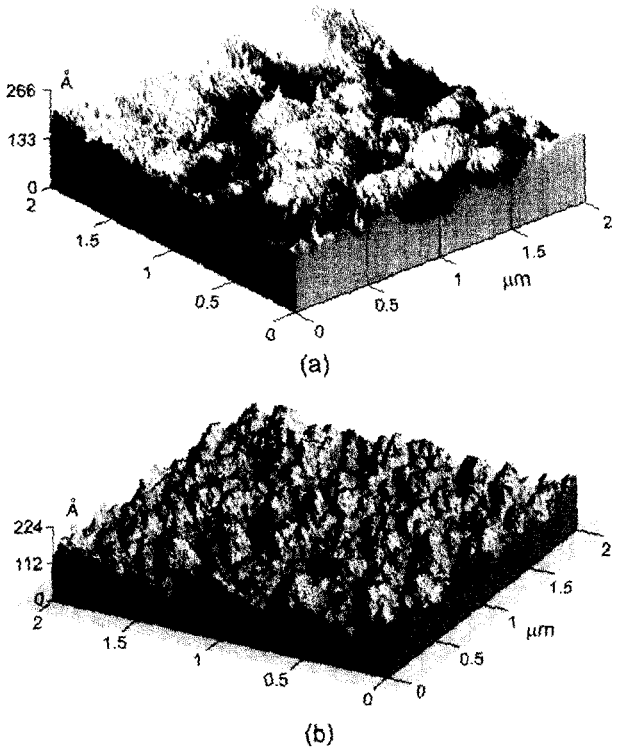

Fig. 5. AFM images of the SiON film deposited at 120 W (a) before annealing and (b) after annealing.

사이의 경계면에서 발생하는 계면조도와 후막증착시 생성되는 particles과 결정의 성장 그리고 증착된 막의 두께와 굴절률의 불균일성에 있다. 두번째는 absorption loss이다. 이러한 loss는 증착된 막 속에 잔재하는 N-H, Si-H, hydrogen기 때문이다. 위와 같은 loss를 제거하기 위해 열처리 전·후의 표면조도를 측정하여 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 5(a)와 (b)는 120 W에서 증착된 열처리 전·후의 결과이며 rms roughness는 각각 20.6 Å과 23.2 Å를 나타내었다. 열처리 후에 N-H 결합과 hydrogen기의 이탈로 표면조도가 급격히 상승할 것으로 예상했었으나, rms roughness는 거의 비슷하였으며, 또한 (b)의 경우 (a)에 비해서 전체적인 균일도 면에서는 향상된 결과를 산출하였다.

4. 결 론

본 연구에서는 PECVD법으로 SiON 증착후 1050°C의 고온 열처리를 통하여 silica optical waveguide 제조시 core 층으로 이용될 수 있는 고품질의 후막을 제작하였다. 최고 5.92 μm/h의 증착률과 변수에 따라 1.4620~1.5312의 굴절률을 제어함으로써 사용이 되는 용도에 따라 즉, 0.3~1.5% waveguide 제조시 필요한 용도에 따른 core 층의 구현이 가능하게 되었다. 또한, XPS 분석을 통하여 oxygen 원소의 증가와 nitrogen 원소의 감소 그리고 silicon 원소의 감소로 굴절률의 변화 원인을 규명하였으며, AFM 분석을 통하여 23.2 Å의 상당히 미려한 rms roughness를 얻을 수 있었다. 따라서, 1.5 μm에서 낮은 손실을 갖는 waveguide 제조시 문제시 되었던 굴절률의 제어와 roughness로 인한 scattering loss 그리고 N-H, Si-H 결합과 hydrogen기 등을 열처리를 통하여 제어함으로써 낮은 손실을 갖는 core 층의 최적조건을 확립하였다.

REFERENCES

1. M. Fukuma, J. Noda and H. Iwasaki, "Optical Properties in Titanium-diffused $LiNbO_3$ Strip Waveguides," *J. Appl. Phys.*, **49** [7] 3693-98 (1978).
2. M. H. Kibel, *et al.*, "X-ray Photoelectron Spectroscopy Study of Optical Waveguide Glasses," *Surface and Interface Analysis*, **24** 605-10 (1996).
3. C. H. Henry, *et al.*, "Low loss Si_3N_4-SiO_2 Optical Waveguides on Si," *Applied optics*, **26** [13] 2621-24 (1987).
4. J. M. Ruano, *et al.*, "Flame Hydrolysis Deposition of Glass on Silicon for the Integration of Optical and Microfluidic Devices," *Anal. Chem.*, **72** 1093-97 (2000).
5. T. Valette and J. P. Jadot, "Si-based Integrated Optics Technologies," *Solid State Tech.*, **2** 69-75 (1989).
6. H. Verbeek and C. H. Henry, "Integrated Four Channel Mach-zender Multi/Demultiplexer Fabricated with Phosphorous Doped SiO_2 Waveguides on Si," *J. Lightwave Tech.*, **6** [6] 1011-15 (1988).
7. J. Gazecki, *et al.*, "Refractive Indices and Thicknesses of Optical Waveguides Fabricated by Silicon Ion Implantation Into Silica Glass," *Thin Solid Films*, **340** 233-36 (1999).
8. C. Tosello, *et al.*, "Erbium-activated Silica-titania Planar Waveguides on Silica-on-silicon Substrates Prepared by RF Sputtering," *J. Non-cryt. Sol.*, **284** 230-36 (2001).
9. J. H. Lee, W. J. Kim and J. Lee, "Porous Silica Ceramics Prepared by Sol-gel Process-effect of H_2O/TEOS Molar Ratio-," *J. of the Kor. Ceram. Soc.*, **34** [2] 216-24 (1997).
10. B. Poumellec, F. Kherbouche and C. Haut, "248 nm Photosensitivity of Reduced SiO_2-GeO_2 Layer on Silica Substrate : Preliminary Results on the Light-matter Interaction," *Applied Surface Science*, **109/110** 283-88 (1997).
11. I. K. Naik, "Low-loss Integrated Optical Waveguides Fabricated by Nitrogen Ion Implantation," *Appl. Phys. Lett.*, **43** [6] 519-20 (1983).
12. F. Bruno, *et al.*, "Plasma-enhanced Chemical Vapor Deposition of Low-loss SiON Optical Waveguides at 1.5 μm Wavelength," *Applied Optics*, **30** 4560-64 (1991).
13. Y. T. Kim, *et al.*, "Surface Analysis of α-SiC:H Deposited by RF Plasma-enhanced CVD," *J. Kor. Asso. Crystal Growth*, **10** [1] 1-4 (2000).
14. K. Kapser, C. Wagner and P. P. Deimd, "Rapid Deposition of High-quality Silicon Oxinitrides," *IEEE Transactions Photonics Tech. Lett.*, **3** 1096-98 (1991).