

FHD법에 의해 증착된 실리카막의 도펀트 첨가에 의한 굴절률 제어

김용탁[†] · 서용곤* · 윤형도* · 임영민* · 윤대호

성균관대학교 신소재공학과
*전자부품연구원 광부품연구센터
(2003년 4월 18일 접수; 2003년 5월 13일 승인)

Refractive Index Control by Dopant for Thick Silica Films Deposited by FHD

Yong Tak Kim,[†] Yong Gon Seo,* Hyung Do Yoon,* 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 18, 2003; Accepted May 13, 2003)

초 록

실리카 평판광회로는 다양한 광수동소자에 응용이 되고 있으며, 이를 구성하는 SiO₂와 GeO₂-SiO₂ 막은 화염가수분해증착에 의해 증착되었다. SiO₂ 막은 산-수소 토치에 SiCl₄, POCl₃와 BCl₃를 주입하여 화염가수반응에 의해 생성되었으며, POCl₃/BCl₃ 유량비가 증가함에 따라 P 농도는 2.0-2.8 at%까지 증가하였고, 굴절률은 1.4584-1.4605로 증가하였다. GeO₂-SiO₂ 막의 굴절률은 GeCl₄ 유량에 의해 제어되었으며 30-120 sccm으로 증가함에 따라 1.4615-1.4809로 증가하였다.

ABSTRACT

Silica based Planar Lightwave Circuits (PLC) have been applied to various kinds of wave-guided optical passive devices. SiO₂ (buffer) and GeO₂-SiO₂ (core) thick films have been deposited by Flame Hydrolysis Deposition (FHD). The SiO₂ films were produced by the flame hydrolysis reaction of halide materials such as SiCl₄, POCl₃ and BCl₃ into an oxy-hydrogen torch. The P concentration increased from 2.0 to 2.8 at% on increasing the POCl₃/BCl₃ flow ratio. The refractive index increased from 1.4584 to 1.4605 on increasing the POCl₃/BCl₃ flow ratio from 0.6 to 2.6. The refractive index of GeO₂-SiO₂ films was controlled by the GeCl₄ flow rate. The refractive index increased from 1.4615 to 1.4809 on increasing the GeCl₄ flow rate from 30 to 120 sccm.

Key words : Flame hydrolysis deposition, Consolidation, Silica, PLC

1. 서 론

차세대 통신 시스템 구축의 기반이 될 광소자에 관한 연구는 이들 소자가 소형으로 다기능을 신속하게 수행할 수 있어야 하므로, 박막 소재 및 소자에 대한 연구를 중심으로 진행되어야 할 것이다. 광신호 전달용 박막 성장기술은 광교환 및 광통신 소자의 개발에 직접적으로 기여할 수 있을 뿐만 아니라 광전자 집적회로(OEIC)와 같은 기술분야에도 응용될 수 있다는 중요성을 갖는다.^{1,2)} 광통신용 소자를 활용하기 위해서는 광섬유와 접속이 용이하고, 저가격이며, 대량생산이 가능할 뿐만 아니라 소자의 성능과 신뢰성이 높아야만 한다. 이러한 관점에서 평판광회로(PLC: Planar Lightwave Circuits)기술을 들 수 있다.³⁾

평판도파소자를 제작할 수 있는 기술로 FHD (Flame

Hydrolysis Deposition),⁴⁾ CVD (Chemical Vapor Deposition),^{5,6)} ion implantation,⁷⁾ polymer,⁸⁾ sol-gel,⁹⁾ ion-exchange 법¹⁰⁾ 등에 의해 이루어지고 있다. CVD법은 양질의 막을 얻을 수 있고 표면이 미려하다는 장점을 갖고 있지만, 증착률이 느리고 N-H 결합과 hydrogen기를 포함하고 있어 흡수손실을 일으키는 단점을 가지고 있다. Sputtering의 경우 제조된 타겟(target)에서 방출되는 원소들의 sputter yield가 각기 다르므로 정확한 조성제어가 어려운 문제점이 있으며, sol-gel 법의 경우 저온(<100°C)합성이 가능하며 균질성과 생산효율의 향상 등의 장점을 가지고 있지만 carbon과 OH기 그리고 미세한 기공이 잔류한다는 단점을 내포하고 있다. 한편 FHD 법은 양질의 후막을 얻을 수 있는 방법으로 비교적 두꺼운 막을 비교적 짧은 시간 내에 제조할 수 있으므로 생산성에 유리하며, 저손실의 후막제조가 가능하고, 광섬유와의 연결이 비교적 용이하나, 단점으로는 후막의 균일도가 CVD법에 비해 나쁘다는 것인데 이에 대한 연구는 현재 활발히 연구 중에 있다.

광도파로의 구성은 빛이 도파되는 코어(core)층과 이를

[†]Corresponding author : Yong Tak Kim

E-mail : ytkim@skku.edu

Tel : +82-31-290-7388 Fax : +82-31-290-7371

들러싼 버퍼(buffer)층으로 구성되는데 코어층의 경우 증착 변수에 따라 굴절률 제어가 가능하여 0.3~1.5% (코어층의 굴절률 증가 정도) 광도파로 구현이 가능하며 phosphorous, boron과 germanium 등의 도펀트를 사용되는 용도에 따라 적절히 혼입하여 제조되고 있다.^{11,12)} 한편, 버퍼층과 코어층의 굴절률 차이(Δn)가 0.1~0.5일 경우 낮은 손실을 얻기가 상당히 어렵다.¹³⁾ 이러한 손실의 크기는 코어층의 굴절률에 비례하며 막을 구성하고 있는 경계에서 경계거칠기(interface roughness)에 의한 손실과 두께와 굴절률의 불균일성(inhomogeneity), 후막 형성시 이물질(particle)의 형성으로 인해 산란손실(scattering loss)이 발생되며, N-H, O-H, Si-H 또한 흡수손실을 일으키는 원인이 된다.¹³⁾

따라서, 본 연구에서는 평면형 수동 광소자 개발에서 요구되는 광도파로 제조시 결함이 없는 양질의 실리카 후막 형성을 위하여 공정변수에 따른 특성변화의 이해를 목적으로 FHD법을 이용하여 광도파로막을 제작하였고, ICP 장비로 도파로 식각을 하여 광도파로를 제작하였다.

2. 실험

화염가수분해법에 의하여 제작된 버퍼층과 코어층은 고온에서 기체 상태인 화합물의 화학 및 가수분해 반응으로 이루어지므로 액체재료를 기체 상태로 만들기 위하여 불활성 기체인 헬륨(He)을 기포화(bubbling)용으로 사용하였으며, 또한, 생성된 재료 기체를 운송하는데 사용하였다. 이때 사용된 원료로 버퍼층 제작을 위해 화염의 중앙에 반응 물질인 SiCl_4 , POCl_3 와 BCl_3 등의 염화물 첨가 불순물(dopant)들을 주입하였으며, 코어층 제조를 위해 버퍼층 제조시 사용된 물질에 GeCl_4 를 추가로 첨가하였다. 토치(torch)로부터 생성되는 화염의 온도는 산소와 수소의 양으로 조절하였으며 주입되는 비율은 4:6으로 고정하였다. 그리고 토치가 고온의 화염에서도 견딜 수 있도록 석영관으로 제작하였으며, 중앙으로부터 입자생성을 위한 반응 물질과 헬륨, 수소 등을 분사하였으며 최외각에서는 산소를 분사하여 수소가 공기중의 산소와 반응하지 못하도록 제작하였다. 토치에서 생성된 실리카 입자(soot)들은 실리콘과의 열팽창계수 차이로 인해 밀착력이 좋지 않으므로 실리콘 기판위에 열산화법(thermal oxidation)으로 실리카를 2 μm 정도 증착하여 기판으로 사용하였다. 기판 위에 증착된 실리카 입자들을 투명한 유리로 만들기 위해 고온의 전기로에서 5°C/min의 승온속도로 가열하고 1000~1300°C에서 4시간 동안 유지하여 고밀화하였다. 버퍼층 제작시 SiCl_4 유량조건과 기판온도는 각각 100 sccm과 200°C로 고정하였으며, $\text{POCl}_3/\text{BCl}_3$ 유량비를 변수로 증착시켰다. 또한 코어층 제작시 버퍼층 제작과 동일한 조건에서 $\text{POCl}_3/\text{BCl}_3$ 를 0.6으로 고정하였고, 굴절률 증가

를 위해 GeCl_4 량을 변수로 증착하였다. 버퍼층 위에 증착된 코어층을 식각(etching)하기 위하여 RF 스퍼터링 장비를 사용하여 크롬(Cr) 마스크를 코팅하였으며, 이때 증착률은 150 Å/min였으며 증착된 크롬의 두께는 3000 Å로 제어하였다. 증착된 크롬막 위에 포토 레지스터(photo resist), 노광, 현상 등의 공정을 수행하였다. 저손실 특성을 갖는 사각 도파로를 구현하기 위해서는 이방성 식각 단면, 산란 손실을 줄이기 위한 측벽 거칠기(sidewall roughness)의 개선, 6 μm 이상의 높은 식각속도 등이 요구된다. 기존의 식각방법으로는 반응성 이온 식각(reactive ion etching)을 이용한 방법이 주를 이루었으나, 식각 속도가 낮고 고종횡비(high aspect ratio)를 얻기 어려운 단점이 있다. 따라서, 플라즈마 밀도가 높고, 고진공에서도 고밀도 플라즈마를 유지할 수 있는 유도결합 플라즈마 식각(Inductively Coupled Plasma Etching)장치를 사용하여 실리카 도파로의 코어층을 구현하였다.

제조된 막의 굴절률 측정은 집적광학소자의 다양한 실험에 사용되는 METRICON MODEL 2010 prism coupler이며, 파장은 632.8 nm에서 사용하였다. 제조된 막의 조성분석으로 일본 JEOL사의 JXA-8900R인 전자현미분석기(Electron Probe Micro Analyzer, EPMA)로 특성분석을 하였으며, 제조된 막의 두께와 식각 후 표면 형상은 주사전자 현미경(Scanning Electron Microscopy, SEM)을 통하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

광도파로용 후막의 성장시에 불순물의 첨가가 요구된다. P_2O_5 나 B_2O_3 와 같은 불순물은 버퍼층 제작시 고밀화 온도를 낮추는 역할을 하며, GeO_2 나 TiO_2 와 같은 불순물은 코어층 제작시 도파로의 굴절률에 변화를 주어 원하는 굴절률 분포를 갖는 도파로의 형성을 위해 필요하다.

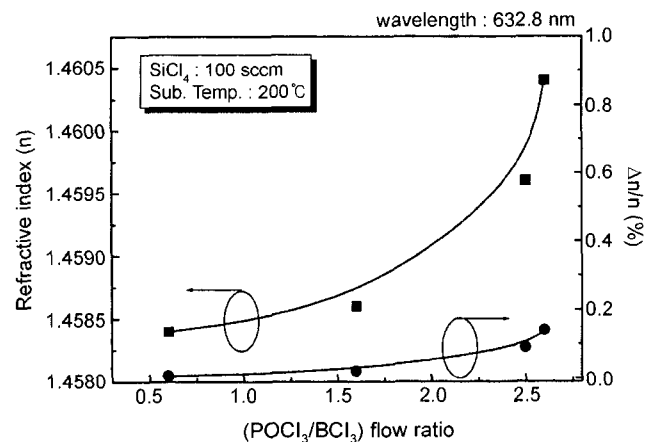


Fig. 1. Refractive index and $\Delta n/n$ (%) as a function of $\text{POCl}_3/\text{BCl}_3$ flow ratio.

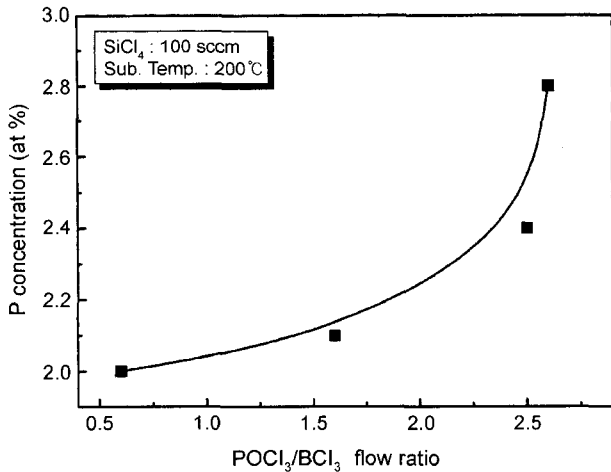


Fig. 2. P concentration change with POCl₃/BCl₃ flow ratio.

Fig. 1은 POCl₃/BCl₃ (P/B) 유량비를 증가시켰을 때 굴절률의 변화를 나타내었다. 이때, SiCl₄와 H₂:O₂ 비율은 각각 100 sccm과 4:6으로 주입 되었다. P/B 유량비가 0.6에서 2.6으로 증가함에 따라 굴절률은 1.4584에서 1.4604로 증가하였으며, 열산화법(Thermal oxidation)으로 형성된 고순도 실리카막의 굴절률은 1.4583을 기준으로 유사한 결과를 산출하였다.

일반적으로 FHD법에 의해 실리콘 기판 위에 순수한 실리카막은 1400°C 이하의 온도에서 성장시키기 어렵다. 따라서, 1400°C 이하의 온도에서 실리카막을 성장시키기 위한 문턱 (threshold) P/B 유량비가 존재하게 되는데, 이때 유량비가 0.6에서 Δn/n(%)가 0.7%인 값이 열산화법에 의해 성장된 값과 가장 유사함을 확인하였다. 한편, P/B 유량비가 증가함에 따른 굴절률의 증가현상은 Fig. 2의 EPMA 분석을 통하여 자세히 고찰하였다. Fig. 2는 P/B 유량비의 변화에 따른 P의 농도변화를 나타내었다. P/B 유량비가 증가함에 따라 P 농도는 2.0~2.8 at%로 증가하였는데, 유량비의 증가폭에 비해 P 농도가 미량으로 증가함을 관찰하였다. 이와 같은 현상은 1300°C 이상의 온도에서 진행되는 고밀화 공정에서 실리카 미립자(soot)에 함유된 P₂O₅의 많은 양이 증발된 것으로 사료된다. 위의 P/B 유량비에 따른 P 농도의 증가는 Fig. 1의 굴절률의 증가원인을 뒷받침하고 있으며, 4인치 웨이퍼에서 실리카막의 굴절률은 2.0×10⁻⁴ 영역대의 균일한 제어 특성을 나타내었다.

코어층은 버퍼층보다 굴절률이 높고, 광이 도파되는 층이다. 따라서, 버퍼층의 기본조성에 GeO₂나 TiO₂ 양으로 굴절률을 제어하나 GeO₂ 보다 TiO₂의 산란 손실이 크기 때문에 일반적으로 GeO₂를 사용한다. Ge 산화물은 B, P 산화물과 달리 용융점(>950°C)이 높고 유리 형성의 물성이 우수하여 실리카 기저물질과의 결합이 우수하다. 따라서, 버퍼층의 성막 조건인 P/B 유량비를 0.6으로 고정하

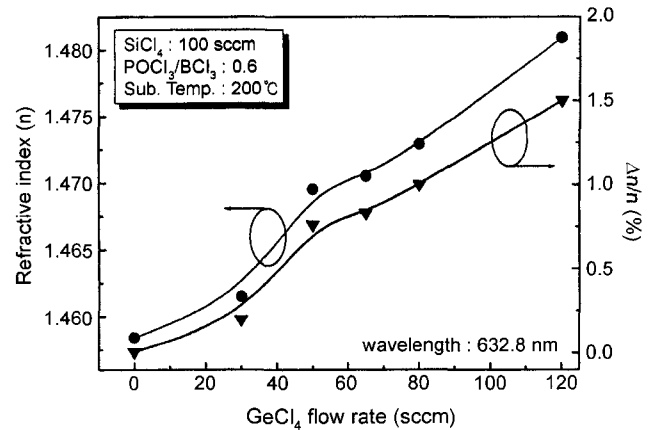


Fig. 3. Refractive index and Δn/n(%) change with GeCl₄ flow rate.

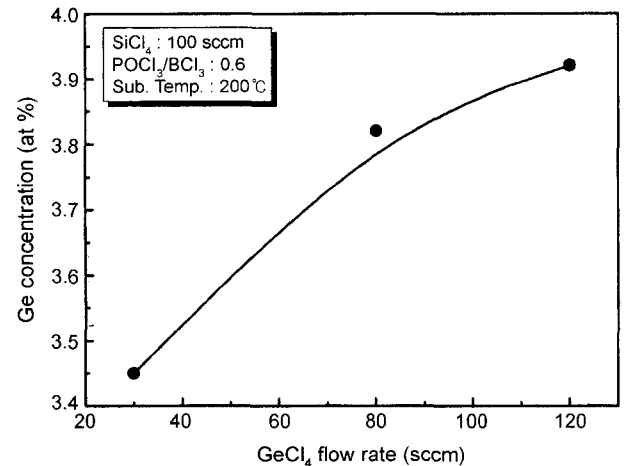


Fig. 4. Ge concentration change with GeCl₄ flow rate.

고 GeCl₄ 유량변화에 따른 굴절률과 굴절률 증가 변화를 Fig. 3에 나타내었다. 코어층의 고밀화 온도는 버퍼층보다 50°C 정도 낮은 1300°C에서 수행되었다. GeCl₄의 유량 변화에 따른 실리카 코어층의 굴절률은 1.4615에서 1.4809로 선형적인 증가를 나타내었고, Fig. 4의 EPMA 결과처럼 Ge 조성도 굴절률 증가를 뒷받침하고 있다. 버퍼층의 굴절률 1.4583을 기준으로 굴절률 증가(Δn/n)는 0.2%에서 1.5%까지 분포함을 Fig. 3 결과로 확인할 수 있었다. GeCl₄ 유량이 50 sccm 주입되었을 때 Δn/n(%)은 0.75%로 나타났으며 곡선부분의 도파로에 적합한 0.75%는 high index로 분류되며, 이를 적용하여 도파로를 형성하였다.

FHD법으로 성장된 코어층의 두께 제어는 주입되는 원료의 인입량에 주로 의존하지만, 일정한 증착률을 갖는 경우 scan speed와 turntable speed로 두께를 조절하였다. Fig. 5는 완전히 고밀화되어 두께차이에 따른 간섭무늬 (fringe)가 선명하게 나타난 시료의 표면 사진이다. scan speed 10 rpm과 turntable speed 10 rpm의 속도로 SiCl₄, GeCl₄, 그리고 P/B 유량비는 각각 100, 50 sccm, 그리고

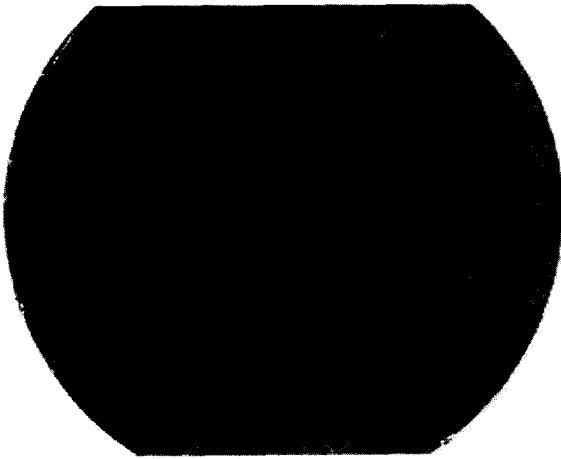
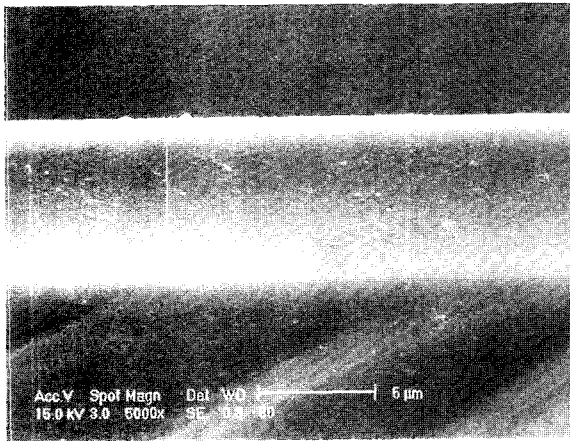
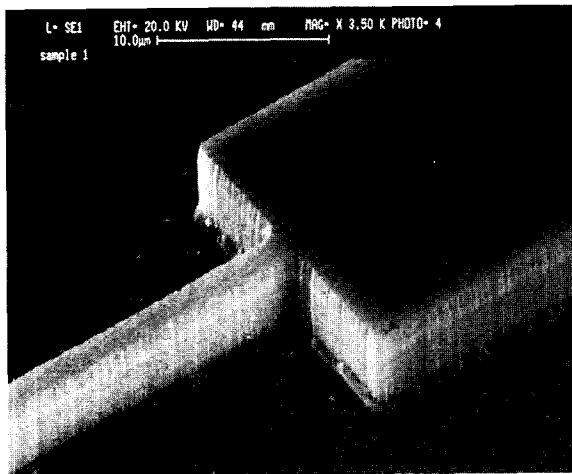


Fig. 5. The fringe shape of surface for silica core layer after consolidation.



(a)



(b)

Fig. 6. SEM images of (a) cross-section and (b) side-wall after etching for core layers.

0.6으로 주입하였으며, 4인치 웨이퍼 전체를 볼 때, 기관 바깥쪽의 급격한 두께변화에 비해 중심부는 완만한 두께

차이를 보이고 있다. Fig. 6은 Fig. 5와 동일한 조건에서 성장된 막의 단면(cross-section) 두께와 식각 후의 형상을 나타내었다. Fig. 6(a)는 굴절률 1.4695와 두께 7.14 μm 를 가지며, 굴절률 균일성 1%, 두께 균일성은 $\pm 4\%$ 이내로 측정된 막을 나타내었다. 위와 같이 성장된 막을 유도 플라즈마 식각장치(ICP, Inductively Coupled Plasma)를 사용하여 식각한 결과를 Fig. 6(b)에 나타내었으며 측벽 거칠기에 의한 산란손실을 일으키지 않고 고 중횡비를 갖는 식각 결과를 산출하였다.

4. 결 론

평면형 광수동소자를 구현하기 위한 실리카 도파로를 FHD 공정을 통하여 형성하였다. 도파로 형성을 위한 버퍼층과 GeO_2 가 첨가된 코어층을 첨가된 불순물량을 조절하여 실리카 입자 증착 및 고밀화 공정을 통하여 투명한 실리카 막을 얻었다. P/B 유량비가 0.6에서 2.6으로 증가함에 따라 굴절률은 1.4584에서 1.4604로 증가하였으며, 유량비가 0.6에서 1.4584의 실리카 버퍼층을 제조하였다. GeCl_4 의 유량 변화에 따른 실리카 코어층의 굴절률은 1.4615에서 1.4809로 선형적인 증가를 나타내었고, GeCl_4 유량이 50 sccm 주입되었을 때 $\Delta n/n(\%)$ 은 0.75%의 광학적 특성을 보였다. 위의 실험을 통하여 고품질의 실리카 버퍼층과 코어층 제조를 위한 최적의 공정 조건을 수립하였으며, 식각 공정을 통하여 광도파로를 구현하였다.

REFERENCES

1. M. Kawachi, "Silica Waveguides on Silicon and their Application to Integrated-optic Components," *Optical and Quantum Electronics*, **22** 391-416 (1990).
2. C. H. Henry, G. E. Blonder, and R. F. Kazarinov, "Glass Waveguides on Silicon for Hybrid Optical Packaging," *J. Lightwave Tech.*, **7** [10] 1530-39 (1989).
3. S. Suzuki, M. Yanagisawa, Y. Hibino, and K. Oda, "High-density Integrated Planar Lightwave Circuits Using SiO_2 - GeO_2 Waveguides with a High Refractive Index Difference," *J. Lightwave Tech.*, **12** [5] 790-96 (1994).
4. M. H. Kibel and P. W. Leech, "X-ray Photoelectron Spectroscopy Study of Optical Waveguide Glasses," *Surface and Interface Analysis*, **24** 605-10 (1996).
5. Y.-T. Kim, S.-M. Cho, S.-G. Yoon, Y.-G. Seo, Y.-M. Im, and D.-H. Yoon, "Refractive Index Control of Silicon Oxynitride Thick Films on Core Layer of Silica Optical Waveguide," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** 594-97 (2002).
6. S.-M. Cho, Y.-T., Y.-G. Seo, H.-D. Yoon, Y.-M. Im, and D.-H. Yoon, "Optical Properties and Structural Analysis of SiO_2 Thick Films Deposited by Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** 479-83 (2002).
7. E. Snoeks, G. N. van den Hoven, and A. Polman, "Optical Doping of Soda-Line-Silicaic Glass with Erbium by Ion

- Implantation," *J. Appl. Phys.*, **73** 8179-83 (1993).
8. N. Y. Kim and J. H. Kim, "Calculation of Optical Field Distributions of Polymeric Waveguides Based on Replication Technology," *J. of Elec. and Elec. Mater.*, **2** 84-9 (1996).
 9. J. H. Lee, W. J. Kim, and J. Lee, "Porous Silica Ceramics Prepared by Sol-gel Process-effect of H₂O/TEOS Molar Ratio," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **34** 216-24 (1997).
 10. J. I. Park, T. S. Park, S. P. Chun, and H. B. Chung, "The Guided Field Distribution Characteristics in the Ion-Exchange Channel Glass Waveguide," *J. of the Kor. Ins. of Elec. and Elec. Mater. Eng.*, **8** 332-39 (1995).
 11. B. Pommellec, F. Kherbouche, and C. Haut, "248 nm Photosensitivity of Reduced SiO₂-GeO₂ Layer on Silica Substrate : Preliminary Results on the Light-matter Interaction," *Appl. Surf. Sci.*, **109/110** 283-88 (1997).
 12. I. K. Naik, "Low-loss Integrated Optical Waveguides Fabricated by Nitrogen Ion Implantation," *Appl. Phys. Lett.*, **43** 519-20 (1983).
 13. F. Bruno, M. D. Guidice, R. Recca, and F. Tesra, "Plasma-enhanced Chemical Vapor Deposition of Low-loss SiON Optical Waveguides at 1.5 m Wavelength," *Appl. Opt.*, **30** 4560-64 (1991).