

## FHD 공정으로 Si wafer에 증착된 silicate soot의 부분 소결 처리가 굴절률 변화에 미치는 영향

### Effect of partial sintering of silicate soots on refractive index of the silicate glass films deposited by FHD process

유 성우, 정 우영, 백 운출, 한 원택

광주과학기술원, 정보통신공학과

wthan@kjst.ac.kr

#### 1. 서론

Flame Hydrolysis Deposition (FHD) 공정은  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{GeCl}_4$ ,  $\text{POCl}_3$ ,  $\text{BCl}_3$  등의 원료를 사용하여 Si wafer 및 유리 기판 위에 silicate soot를 증착하는 방법이며, 증착된 soot는 고온에서 소결과정을 거쳐  $\text{B}_2\text{O}_3$ - $\text{P}_2\text{O}_5$ - $\text{GeO}_2$ - $\text{SiO}_2$  (BPGS)계 유리막으로 형성된다<sup>(1)</sup>. 유리막의 굴절률은  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{GeCl}_4$ ,  $\text{POCl}_3$ ,  $\text{BCl}_3$  등의 원료 유량을 조절하여 변화가 가능하며 이를 이용하여 광도파로를 제작할 수 있다. 특히 광통신에 사용할 수 있는 광증폭기 등의 능동형 광소자 제작을 위해서는 FHD공정을 통해 형성된 soot에  $\text{Er}^{3+}$  등의 희토류 원소를 첨가하여야 한다. 첨가하는 방법으로는 solution doping법<sup>(2)</sup>, aerosol doping법<sup>(3)</sup>, chelate기를 사용하는 법<sup>(4)</sup> 등이 있으며, 이 중 solution doping법은 그 공정 자체가 간단하며 복잡한 장치가 별도로 필요없는 등의 장점이 있다. Solution doping법은 soot가 증착된 Si wafer를  $\text{Er}^{3+}$  등의 이온이 용해되어 있는 용액에 담귀 soot의 공극내에 이온의 침투를 유도하는 방법이다. 이때 증착된 soot의 응집력이 크지 않기 때문에 담귀 후 일정시간이 지나면 증착된 soot가 doping 용액에 용해될 수 있다. 이를 방지하기 위해 soot가 증착된 Si wafer를 800°C 이상에서 30분정도 열처리를 하여 soot를 부분 소결하여 응집력을 높일 수 있다. 그러나, 이러한 열처리 공정은 전기로에서 이루어지기 때문에 공정시간이 길어지며 번거롭다는 단점이 있다. 증착된 soot의 부분 소결을 위한 또 다른 방법으로는 FHD공정에서  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{GeCl}_4$ ,  $\text{POCl}_3$ ,  $\text{BCl}_3$  등의 원료 유입을 차단하고 같은 토치를 사용하되 수소/산소 가스의 반응열을 이용하여 별도의 열처리 없이 그 화염만으로 이미 증착된 soot를 부분 소결시킬 수가 있다<sup>(5)</sup>. 부분 소결은 FHD를 통해 증착된 soot에 solution doping을 할 때 soot의 응집력 부여를 위해 많이 사용되고 있으나, 아직 부분 소결을 통해 열처리 후 완전 소결되어 제작된 유리 막막의 굴절률 변화에 대해서는 알려진 바가 없다.

본 논문에서는 증착된 soot의 부분 소결을 위한 전기로에서의 열처리와 FHD 장비내의 수소/산소 토치의 수소 유량을 변화시켜 형성된 화염을 통한 열처리가 형성된 유리 막막의 굴절률 변화에 미치는 영향에 대해 비교, 고찰하였다.

#### 2. 실험

Si wafer에 유리 막막을 형성하기 위하여 먼저 wet oxidation 공정을 통하여 Si wafer 표면에 두께 2 $\mu\text{m}$  이상의  $\text{SiO}_2$  층을 형성시켰다. 다음  $\text{SiO}_2$  층이 형성된 Si wafer 위에  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{GeCl}_4$ ,  $\text{POCl}_3$ ,  $\text{BCl}_3$  등의 원료를 사용하여 BPGS 조성의 soot를 증착시켰다. 이때 화염의 토치 이동속도는 3.5cm/min이었다. Soot의 부분 소결을 위해 최종 소결 전에 열처리를 하였다. 한 시편은 800°C에서 30분간 전기로를 이용하여 공기중에서 열처리하였고, 다른 시편은 FHD 공정에서 증착된 soot 위를 수소/산소 토치의 화염만으로 한번 더 이동하여 열처리하였다. 이때 수소 유량은 4.5 - 8 slm 등으로 변화시켰으며, 토치의 이동속도는 증착할 때의 속도와 동일한 조건과 1/2로 감속한 조건으로 나누어 실험하였다. 각각의 열처리를 통해 부분 소결을 거친 soot가 증착된 Si wafer를 1300°C에서 2시간동안 소결하여 유리막을 형성하였으며, 제작된 BPGS 유리막의 굴절률은 prism coupler법을 사용하여 측정하였다.

#### 3. 결과

Soot의 부분 소결을 통한 유리막막의 굴절률의 변화를 표 1에 나타내었다. 모든 시편의 굴절률은 부분 소결 후에 1300°C에서 2시간동안 공기중에서 최종 소결 열처리 후에 측정된 결과이다. 표 1의 시편(a)에 800°C 전기로에서 부분 소결한 시편과 수소의 유량을 4.5, 5, 6slm 으로 변화시키면서 수소/산소 화염으로 부분 소결한 시편의 굴절률을 비교하였다. 표 1의 시편(b)에는 800°C 전기로에서 부분 소결한 시편과 수소의 유량을 표 1의 시편(a)의 시편보다 약간 증가시킨 6, 7, 8slm 으로 변화시키면서 화염으로 부분 소결한 시편의 굴절률을 비교하였다. 수소 유량이 8slm 인 경우의 시편은 소결이 제대로 되지 않아 굴절률을 측정할 수가 없었다. 표 1에서 볼 수 있듯이 두 시편 모두 전기로에서 부분 소결한 시편의 굴절률은 오히려 부분 소결 과정을 거치지 않은 경우보다 감소하였음을 알 수 있다. 그리고 화염을 통한 부분 소결을 거친 시편은 부분 소결 과정을 거치지 않은 시편보다 높은 굴절률을 나타내었고, 굴절률의 증가는 수소/산소 화염의 수소유량에 비례하는 것이 확인되었다.

#### 4. 고찰

막막의 굴절률의 변화는 막막 내의  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  등의 양의 변화에 의한 것이기 예측되어 제작된 막막의 FT-IR 측정을 통하여 제작된 시편내의 조성의 변화를 알아보았다. 그림 2에 FT-IR 측정을 통하여 얻어진 결과를 나타내었다. 그림 2(a) 및 2(b)는 각각 표 1의 시편(a) 및 시편(b)에서 측정한 시편과 동일한 시편을 통해서 얻어진 광 흡수도이다. 그림 2에서 볼 수 있듯이  $\text{SiO}_2$  에 의한 흡수 peak들의 변화는 관찰되지 않았으나, B-O에 의한 흡수 peak들은<sup>(6)</sup> 전기로에서 부분 소결을 거친 경우 부분 소결을 거치지 않은 막막에 비하여 증가하였고, 화염을 통한 부분 소결을 거친 막막의 경우는 감소한 것을 확인할 수 있었다. 또한, 화염을 통한 부분 소결을 거친 시편들

표 1. Soot의 부분 소결 공정에 따른 유리막의 굴절률의 변화

	시편(a)의 굴절률		시편(b)의 굴절률	
		1.4719		1.4752
부분 소결 하지 않음	1.4706		1.4705	
	토치 속도: 3.5cm/min		토치 속도: 1.75cm/min	
800°C에서 30분간 전기로에서 부분 소결	수소유량:4.5slm	1.4725	수소유량:6slm	1.4897
	수소유량:5slm	1.4727	수소유량:7slm	1.4903
수소/산소 화염을 통한 부분 소결	수소유량:6slm	1.4756	수소유량:8slm	N/A

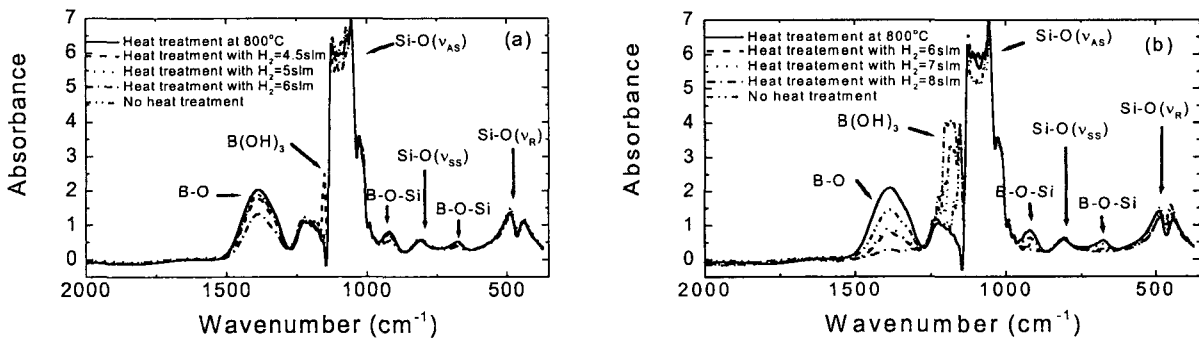


그림 2. Soot의 부분 소결 공정에 따른 유리막의 FT-IR 흡수곡선

은 수소유량의 증가에 비례하여 B-O에 의한 흡수 peak들의 감소가 일어남을 관찰할 수 있었다. 화염을 통한 부분 소결 공정은 화염온도가 1300°C 이상이기 때문에 이로 인한 B의 증발에 의하여 굴절률의 증가가 일어난 것으로 사료된다. 특이한 것은 그림 2(b)의 경우 화염을 통한 부분 소결을 한 경우 수소 유량이 증가함에 따라 B(OH) peak가 증가하였는데, 그림 2(a)에서는 변화가 없었다. 이러한 현상은 B의 높은 흡수성에 의한 것으로 그림 2(b)의 시편의 경우 수소의 유량이 상대적으로 크고 화염에 의한 부분 소결 과정에서 토치의 속도가 그림 2(a)에서의 토치의 속도보다 1/2 감소되었기 때문에 수소/산소 토치에 의해 형성된 H<sub>2</sub>O가 증착된 soot 내의 B와 반응할 수 있는 가능성이 더 크기 때문이다. 전기로에서 부분 소결을 거친 시편의 경우 B-O에 의한 peak들이 부분 소결을 거치지 않은 시편에 비해 증가하였다. Soot의 부분 소결을 거치지 않은 시편의 경우 1300°C에서의 소결 도중 상당부분의 B가 증발하나, 전기로에서 부분 소결한 시편은 부분 소결 도중 B가 Si-O와 결합하여 Si-O-B를 형성하여 소결공정에서 B의 증발이 감소되었던 것으로 보인다. 실제 SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 조성의 gel을 열처리할 때 온도가 올라감에 따라 Si-O-B에 의한 peak인 670, 930cm<sup>-1</sup>에서의 peak 크기가 증가하는 것이 알려져 있다<sup>(7)</sup>.

따라서, 평면형 광도파로를 제작할 때의 굴절률 변화를 위해서 BCl<sub>3</sub>를 사용할 경우 소결공정 전에 전기로에서 부분 소결을 하는 것이 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 유리박막에 효율적으로 첨가할 수 있음을 알 수 있다. 또한, 실제 능동형 광도파로의 제작에 있어서 증착된 soot의 부분 소결이 필요할 경우 전기로에서 부분 소결을 할 시편은 BCl<sub>3</sub>의 유량을 상대적으로 작게, 수소/산소 화염을 이용한 부분 소결을 할 시편은 BCl<sub>3</sub>의 유량을 상대적으로 크게 하여 예상한 굴절률에 맞추어 제작하여야 한다.

감사의 글

본 연구는 광주과학기술원의 초고속광네트워크 연구센터(ERC) 및 교육인적자원부 BK-21 사업의 일부 지원에 의한 것입니다.

참고문헌

1. M.Kawachi, "Silica waveguides on silicon and their application to integrated-optic components", Opt. Quantum Electron., 22 391-416 (1990).
2. Y.Hibino, T.Kitagawa, M.Shimizu, F.Hanawa, and A.Sugita, "Neodymium-doped silica optical waveguide laser on silicon substrate", Photon. Technol. Lett., 1(11) 349-350 (1989).
3. J.A.Bebbington, G.Barbarossa, J.R.Bonar, and J.S.Aitchison, "Rare earth doped silica waveguides on Si fabricated flame hydrolysis deposition and aerosol doping", Appl. Phys. Lett., 62(4) 337-339 (1993).
4. R.Tumminelli, F.Hakimi, and J.Haavisto, "Integrated-optic Nd:glass laser fabricated by flame hydrolysis deposition using chelates", Opt. Lett., 16(14) 1098-1100 (1991).
5. H.Kanamori, A.Urano, H.Aikawa, S.Ishikawa, C.Hirose, and M.Saito, US patent 5556442 (1996).
6. 류형래, 김재선, 신동욱, "FHD법으로 제작된 광도파막용 실리카 soot의 분광학적 분석", 한국요업학회지, 38(1) 74-83 (2001).
7. M.Nogami, and Y.Moriya, "Glass formation of the SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system by the gel process from metal alkoxides", J. Non-Cryst. Solids, 48 359-366 (1982).