

## Er과 YbO<sub>3</sub> 첨가된 인산염 유리의 K 이온교환 공정을 통한 증폭용 광도파로 제조

김덕준 · 신장욱 · 박상호 · 김태홍 · 심재기 · 성희경

한국전자통신연구원 실리카광부품팀

(2000년 3월 23일 받음, 2000년 5월 9일 수정본 받음)

Er과 YbO<sub>3</sub> 첨가된 인산염 유리를 KNO<sub>3</sub> 용융액에 담구는 1단계 이온교환 공정을 통하여 채널 도파로를 제조하고자 하였다. 이온교환시 반응기 내부에 산소를 흘려줌으로서 인산염 유리의 열악한 화학적 내구성에서 비롯되는 유리 도파로 표면의 손상을 억제할 수 있었다. 제조된 도파로의 1.5 μm 신호광에 대한 증폭특성을 평가한 결과, 이온교환 공정 최적화 작업을 거친 45 mm 도파로의 경우, 2개의 980 nm LD를 사용하는 양방향 펌핑시 160 mW 파워에서 7.5 dB의 순이득을 얻을 수 있었다.

OCIS codes : 130.0130, 160.0160.

### I. 서 론

고이득, 저잡음, 고출력 특성을 나타내는 어븀이 도핑된 광섬유 증폭기(EDFA: Erbium-Doped Fiber Amplifier)는 현재 선로 증폭기, 전치 증폭기, 부스터 증폭기로서 광통신 시스템에 적용되고 있으며, 최근에는 장거리 전송망과 지역망(LAN)의 용량을 확대할 필요가 있는 파장분할 다중화방식(WDM) 전송시스템에서 많은 관심을 보이고 있다. 그렇지만, EDFA의 특성상 부피가 크고 가격이 비싸기 때문에 FTTH(Fiber to the home)나 FTTC(Fiber to the curb)와 같은 가입자망에 널리 보급되기는 쉽지 않다. 이러한 점 때문에, 평면형 수동 광도파로의 대량생산에 이미 적용된 이온교환 공정을 도입하여 평면형 광증폭기를 개발하려는 많은 노력들이 있어왔다.<sup>[1]</sup>

1996년에 Delavaux 등은 72.5 km의 광전송 실험에 이온교환 공정을 통해 제조된 평면형 광도파로가 장착된 광증폭기 모듈을 부스터 증폭기로 적용하여 10 Gb/s의 전송속도에서 10<sup>-12</sup> 이하의 만족할만한 수신오율(BER)이 얻어지는 것을 확인하였는데, 이 증폭기 모듈은 150 mW 펌핑 파워에서 20 dB 이상의 순이득(net gain)이 얻어진다.<sup>[2,3]</sup> 이러한 고이득 특성은 희토류 금속 도핑을 위한 최적의 소재들 중 하나인 인산염 유리를 이용교환용 기판으로 사용했기에 가능했던 것으로 여겨진다. 그렇지만, 무게비로 2%의 Er과 4%의 YbO<sub>3</sub>가 도핑된 인산염 유리의 2단계 Ag 이온교환 공정(2-step silver ion-exchange)을 행하였다는 것 이외에 도파로 제조공정과 관련하여 더 이상의 정보를 얻기 어렵다.

이온교환 기술을 이용하는 대부분의 평면 도파로 제조공정에서는 유리 기판에 존재하는 Na와 같은 망목수식이온(network modifier)과 치환될 이온으로서 K보다 Ag가 선호되며, 그 이유는 Ag 이온을 사용할 경우 도파로 코어와 클래드 사이의 굽률 차이가 상대적으로 증가하기 때문이다.<sup>[4]</sup> 그러나, 유리기판에 도파로용 금속페타늄을 형성한 후 이온교환을 할 경우, Ag 이온들을 포함하고 있는 용융액(melts)에 노출되

어 실제로 이온교환이 이루어지는 코아 영역의 가장자리에서 Ag 이온이 환원되어 금속 Ag로 석출되는 현상이 발생한다.<sup>[5]</sup> 이러한 Ag 석출은 도파로의 전파손실을 크게 증가시키기 때문에 반드시 방지되어야 한다. 한편, 1997년에 Meshkinfam 등도 Er과 YbO<sub>3</sub> 첨가된 인산염 유리 기판에 1단계 K 이온교환 공정(1-step potassium ion-exchange)을 행하여 증폭용 도파로를 제조하였다.<sup>[6]</sup> 그런데, 이 도파로는 6 mm의 짧은 길이임에도 불구하고 50 mW의 작은 펌핑 파워에서 6.48 dB의 순이득을 얻는 것이 가능하다.

이러한 배경에서 우리는 레이저용으로 개발된 상용 인산염 유리 기판에 1단계 K 이온교환 공정을 행하여 1.5 μm 신호광 증폭을 위한 도파로를 제조하고자 하였다. 한편, 규산염 유리와 달리 인산염 유리는 KNO<sub>3</sub> 용융액 속에서 화학적으로 매우 불안정하다.<sup>[7]</sup> 따라서, 별도의 대책없이 이온교환 공정을 행할 경우, 유리 표면이 심하게 손상되어 최종적으로 얻어진 도파로가 제 기능을 하기 어렵다. 이러한 이유로, 본 논문은 이러한 문제점을 극복하기 위한 공정변수 탐색에 중점을 두었다.

### II. 도파로 제조 및 측정

이온교환 공정에 앞서 우리는 구입한 인산염 유리(IOG-1, Schott Glass Technologies Inc., PA, USA)의 화학조성을 EDS (Energy Dispersive Spectrometer) 장비를 사용하여 분석하였으며, 그 결과를 표 1에 나타내었다. 예상대로 이 유리에는 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 이외에 많은 성분들이 존재하였으며, 인산염 유리의 단점인 열악한 화학적 내구성을 향상시킬 목적으로 Na와 Al을 첨가한 것으로 판단된다.<sup>[8]</sup> 표 2에 Schott Glass Technologies에서 공급받은 자료에 근거하여 IOG-1유리의 주요한 광학 및 물리화학적 성질들을 나타내었다. 표 1의 성분들과 이러한 성분들 사이의 조성비는 표 2의 제반 성질들을 고려하여 결정되었을 것이다.

이온교환 시료를 준비하기 위하여 열증착기를 이용하여

표 1. IOG-1 유리의 화학조성

성분	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
조성비	67.8	10.3	0.1	11.0	5.0	1.7	3.1	1.1

표 2. IOG-1 유리의 광학 및 물리화학적 특성

emission peak for Er laser	1534 nm
emission peak for Yb laser	1001 nm
radiative lifetime for Er	10.7 ms
radiative lifetime for Yb	1.36 ms
emission cross section for Er	$6.6 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$
emission cross section for Yb	$5.4 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$
refractive index at 1540 nm	1.513
density	2.739 g/cm <sup>3</sup>
thermal expansion coefficient at 20~300°C	112.310-7°C
transformation temperature	474°C
weight loss in 50°C water	0.012 mg/cm <sup>2</sup> ·day

IOG-1유리 기판에 두께가 200 nm 정도가 되도록 Al 막을 증착시켰으며, 이후 일반적인 리소공정을 행하였다. 이 과정에서 폭이 4, 6, 8, 10 μm인 직선 패턴이 모두 들어있는 마스크를 사용함으로서 동일한 조건에서 제조된 도파로 시편에 코아의 크기가 서로 다른 도파로들이 동시에 존재하도록 하였다. 이렇게 준비된 시료를 일정한 온도로 유지되는 고순도 KNO<sub>3</sub> 용융액에 담근 후 원하는 시간 동안 유지하고 다시 꺼내는 방법으로 이온교환 공정을 행하였다. 그리고 따뜻한 물로 회수된 시료를 세척한 후 알루미늄 에칭액(KTI Chemicals Inc., CA, USA)에 담구어 Al 막을 제거하였으며, 이후 제조된 도파로 양단을 1 μm 거칠기까지 연마하였다.

제조된 도파로의 증폭특성을 평가하기 위하여 그림 1과 같은 측정 시스템을 구성하였다. 가변 레이저 발생 장치(MG9637A; Anritsu Corp., Japan)에 의해 발생된 -20 dBm 파워를 유지하는 1.5 μm 신호광과 980 nm LD(E-TEK Dynamics, CA, USA)에 의해 발생된 펌프광은 WDM 결합기에 의해 합쳐진 후 버트-결합에 의해 유리 도파로를 통과하게 되며, 도파로를 빠져 나온 광의 펌프 성분을 제거하기 위해 두개의 방향성 결합기로 구성된 광필터를 사용하였다. 그리고, 측정에 사용된 LD의 파워가 80 mW로 제한되는 이유로 80 mW 이상의 펌프 파워가 요구될 경우에는 동일한 기종의 LD를 추가하여 양방향 펌핑

을 하였다. 한편, 유리 도파로 시편을 측정 훌더에서 제거한 후 진존하는 입출력단의 단일모드 광섬유들을 버트-결합시키고 펌프 LD를 작동시키지 않은 상태에서도 광스펙트럼 분석기(MS9030A; Anritsu Corp., Japan)로 출력광의 파워를 측정 하였으며, 이 출력광과 이전에 측정된 도파로 출력광들의 파워 차이로부터 순이득을 계산하였다.

### III. 결과 및 고찰

알칼리 금속의 질산염을 비등점 이상으로 가열하면 부식성이 매우 강한 질소산화물 가스가 생성되는데, KNO<sub>3</sub>의 경우에는 (1)식으로 표현되는 분해반응이 자신의 비등점인 400°C보다 낮은 350°C에서 시작되는 것으로 알려져 있다.<sup>[9]</sup> 그리고 (1)식의 분해반응 생성물들은 연속적으로 (2)식의 반응을 겪게 되고 그 결과 K<sub>2</sub>O와 N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>가 생성된다. 이러한 두 화학종들은 수분과 접촉하자 마자 (3)과 (4)식과 같이 KOH와 HNO<sub>3</sub>로 바뀌게 된다. 물론, 이 알칼리와 산은 (5)식과 같은 중화반응에 참여할 수 있다. 그렇지만, 그들의 농도가 일치하기는 거의 불가능하므로 항상 어느 정도의 KOH 또는 HNO<sub>3</sub>가 KNO<sub>3</sub> 용융액에 남게 된다.



Meshkifam 등은 이온교환시 발생하는 유리 시편의 손상이 KNO<sub>3</sub> 자체의 흡습성에 기인한다고 생각하여 KNO<sub>3</sub> 시약을 400°C에서 녹이기 전에 280°C에서 24시간 동안 진공건조를 행하였다.<sup>[6]</sup> 그리고, 이온교환 공정 중에는 KNO<sub>3</sub> 용융액과 유리시편이 들어있는 반응기 내부로 수분이 유입되는 것을 차단하기 위하여 Ar 가스를 흘려주었다. 이러한 수분제거 방법은

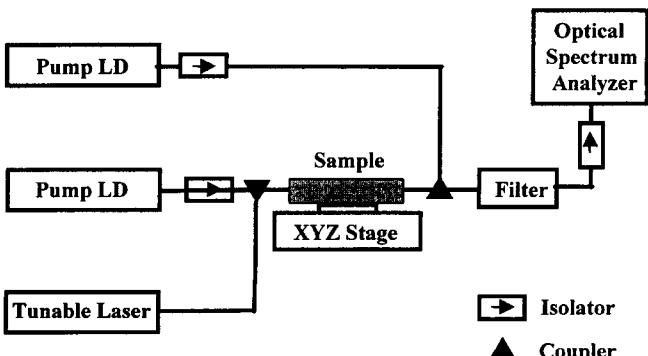


그림 1. 도파로 특성 측정 시스템.

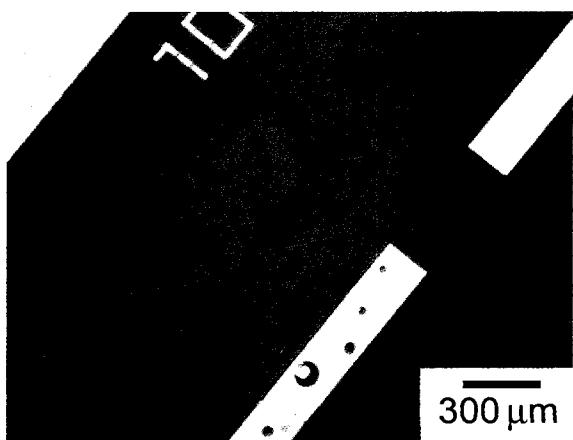


그림 2. Ar 또는 O<sub>2</sub>를 흘리지 않은 상황에서 380°C 온도로 1시간 이온교환시킨 유리 시편을 알루미늄 에칭하기 전에 관찰한 광학현미경 사진(밝은 부분이 Al 증착막).



그림 3.  $O_2$ 를 흘린 상황에서  $380^\circ C$  온도로 1시간 동안 이온교환하여 얇은 도파로 코아의 주사전자현미경 사진.

분명히 유리 손상의 직접적인 원인인  $KOH$ 와  $HNO_3$ 의 생성을 억제하는데 도움이 될 것이다. 그렇지만, 진공 공정의 추가로 인해 이온교환 반응기의 구조가 복잡해지는 것을 감수해야 할 것이다. 한편,  $KOH$  또는  $HNO_3$ 가 생성되기 위해서는 반드시 (1)식의 반응이 시작되어야 하며, 이 분해반응 속도는  $KNO_3$  용융액의 온도 이외에도  $O_2$  농도에 의해 조절 가능하다. 따라서, 본 연구에서는 이온교환 공정 중에  $O_2$ 를 흘려줌으로서 유리 시편의 손상을 방지하고자 하였다.

본 실험에서 유리 시편이 손상되었다는 것은 육안으로도 쉽게 확인할 수 있었는데, 일례로 이온교환 전에 거울처럼 깨끗했던 Al 막이 이온교환 후에 더러워지며 심한 경우에는 Al 패턴막이 부분적으로 사라지기도 한다. 그리고, 그림 2에서 알 수 있듯이 Al 막이 증착되어 있지 않은 실제로 이온교환이 이루어지는 부분이 심하게 손상된다. 이러한 손상이 도파로 코어에서 발생할 경우 도파로 전파손실은 급격하게 증가하게 된다.

앞서 언급한  $O_2$ 를 흘려주는 방법은 이러한 문제를 해결하는데 매우 효과적이었다. 예를들면,  $KNO_3$  시약을 녹이기에 앞서  $280^\circ C$  부근에서 건조시키지 않았을 때 조차, 이전에 거울면 같았던 Al 막이 이온교환 후에도 완벽하게 유지되었다. 그렇지만, 이러한 방법에도 불구하고 이온교환된 도파로 시편을 주사전자현미경으로 관찰하면 그림 3의 사진과 같이 도파로 코어 영역이  $0.2 \mu m$  정도 파인 것을 확인할 수 있다. 알파-스텝 장비(Alpha-Step 200; TENCOR, USA)로 이온교환 시편의 표면거칠기를 분석한 결과 이러한 현상은 이온교환 공정 후 Al 막을 에칭할 때 발생한다는 것을 알 수 있었다.

증폭특성 측정에 앞서 유리 도파로의 모드필드 분포를 조사하였으며, 이를 위하여 도파로 출력단에 광학 대물렌즈를 접근시키고 CCD 카메라로 촬영하였다. 그림 4에서와 같이 모든 경우에 있어서 모드필드 이미지는 부채꼴 모양이었으며 대부-

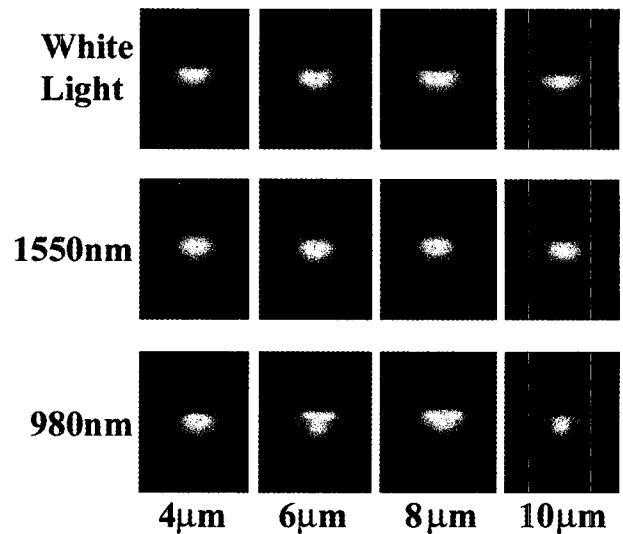


그림 4.  $O_2$ 를 흘린 상황에서  $380^\circ C$  온도로 1시간 동안 이온교환하여 얇은 27 mm 도파로의 모드필드 이미지.

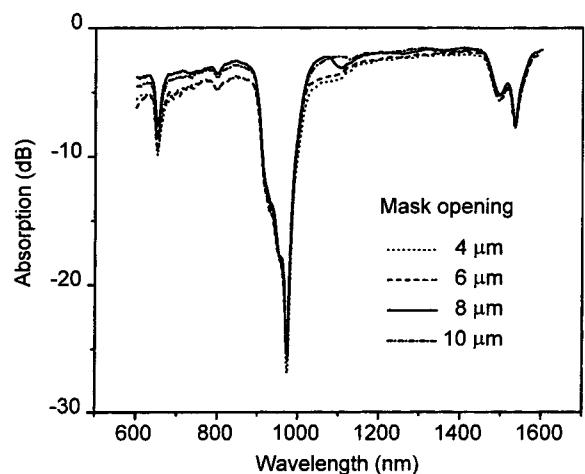


그림 5.  $O_2$ 를 흘린 상황에서  $380^\circ C$  온도로 1시간 동안 이온교환하여 얇은 27 mm 도파로의 흡수 스펙트럼.

분의 경우  $1550 \text{ nm}$  파장에서는 단일모드 그리고  $980 \text{ nm}$  파장에서는 다중모드이었다.

그림 5는 백색광 발생장치(AQ-4303B; ANDO Electric Co. Ltd., Japan)를 사용하여 측정한 유리 도파로의 전형적인 흡수 스펙트럼이다.  $1000 \text{ nm}$ 의 강한 흡수피크는 대부분 Yb에 의한 것이며  $660, 800, 1550 \text{ nm}$ 에서의 피크들은 모두 Er에 기인한 것들이다. 컷백(cut-back) 방법으로부터 길이가 서로 다른 도파로들의 흡수 스펙트럼들을 얻었으며, Er과 Yb의 영향이 배제된  $1300 \text{ nm}$ 에서의 흡수값들을 이용하여 단위 길이당 전파손실과 한 접촉점당 결합손실의 평균값을 계산하였다.

전파손실과 결합손실이 각각  $1.0 \text{ dB/cm}$ 과  $0.6 \text{ dB/point}$ 로 계산된 도파로 시편에 대한 펌프 파워 증가에 따른 순이득의 변화를 그림 6에 나타내었다. 그래프에서 알 수 있듯이, 펌프파워가 증가함에 따라 초기에는 순이득이 급격하게 증가하지만 점점 증가율이 둔화되어 일정한 값에 접근한다. 이러한 저파워

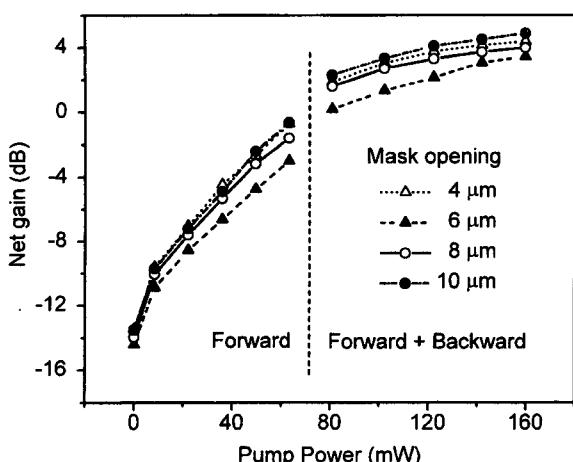


그림 6.  $O_2$ 를 흘린 상황에서  $380^{\circ}\text{C}$  온도로 1시간 동안 이온교환하여 얻은 39 mm 도파로의 펌핑 파워에 따른 순이득의 변화.

영역에서의 급격한 이득 증가는 펌프파워가 증가함에 따라  $\text{Er}^{3+}$  이온의 기저 준위( ${}^4\text{I}_{15/2}$ )에서 준안정 준위( ${}^4\text{I}_{13/2}$ )로의 농도 반전이 거의 직선적으로 증가하기 때문인 것으로 그리고 고파워 영역에서의 이득 포화 현상은 이에 따라 기저 준위에서  $\text{Er}^{3+}$  이온이 상대적으로 고갈되기 때문인 것으로 설명가능하다. 그렇지만, 최대 순이득 값과 순이득이 얻어지는 임계 파워는 모두 직선 마스크 패턴의 폭에 대하여 어떠한 경향을 보이지 않는다. 이러한 사실은 이온교환 중에 KOH 또는  $\text{HNO}_3$ 의 침식에 의해 도파로 코아 또는 부근에 생성되는 여러 종류의 결함들이 도파로의 증폭 특성에 큰 영향을 준다는 것을 의미한다.

이온교환시  $\text{KNO}_3$  용융액의 온도, 이온교환 시간, 반응기 내부의 분위기를 조절하는 방법으로 도파로 특성 최적화 작업을 행하였으며, 그 결과 전파손실을  $0.5 \text{ dB/cm}$ 까지 줄일 수 있으며  $45 \text{ mm}$ 의 도파로 길이에서 양방향 펌핑에 의해  $160 \text{ mW}$ 의 파워를 가함으로서  $7.5 \text{ dB}$ 의 순이득을 얻을 수 있었다. 본 유리 도파로 제조 공정에 도파로 코아를 수  $\mu\text{m}$  정도 매립하는 것이 가능한 전기장 이온교환 공정(field-assist ion-exchange)을 추가할 경우  $20 \text{ dB}$  이상의 순이득을 얻는 것도 가능할 것으로

로 예상된다.

#### IV. 결 론

$\text{Er}$ 과  $\text{Yb}$ 이 첨가된 상용 인산염 유리를  $\text{KNO}_3$  용융액에서 이온교환시키는 방법으로  $1.5 \mu\text{m}$  신호광 증폭을 위한 도파로 제조 연구를 수행한 결과, 다음과 같은 2가지 결론들을 도출하였다.

1. 이온교환이 이루어지는 반응기 내부에 산소를 흘려주는 것은 고효율 증폭 특성에 치명적인 도파로 결함을 줄이는 데에 효과적이다.
2. 이온교환 특성 최적화 작업을 할 경우, 도파로 전파손실을  $0.5 \text{ dB/cm}$ 까지 줄일 수 있으며  $45 \text{ mm}$ 의 도파로 길이에서 양방향 펌핑에 의해  $160 \text{ mW}$ 의 파워를 가함으로서  $7.5 \text{ dB}$ 의 순이득을 얻을 수 있다.

#### 참고문헌

- [1] S. I. Najafi, Proc. SPIE **2996**, 54 (1997).
- [2] J.-M. P. Delavaux, S. Granlund, O. Mizuhara, L. D. Tzeng, D. Barbier, M. Rattay, F. Saint Andre, and A. Kevorkianrphy, European Conference on Optical Communication '96, (Oslo, Norway, 1996), paper MoC.4.1.
- [3] D. Barbier, M. Rattay, F. Saint Andre, G. Clauss, M. Trouillon, A. Kevorkian, J.-M. P. Delavaux, and E. Murphy, IEEE Photon. Technol. Lett. **9**, 315 (1997).
- [4] S. I. Najafi, *Introduction to Glass Integrated Optics* (Artech House, Boston, 1992).
- [5] P. G. Walker, D. D. W. Wilkinson, and J. A. H. Wilkinson, Appl. Opt. **22**, 1923 (1983).
- [6] P. Meshkinfam, P. Fournier, M. A. Fardad, M. P. Andrews, and S. I. Najafi, SPIE **2997**, 306 (1997).
- [7] R. F. Batholomew and T. R. Kozlowski, J. Am. Ceram. Soc. **50**, 108 (1967).
- [8] R. K. Brow, J. Am. Ceram. Soc. **76**, 913 (1993).
- [9] S. Budavari, *The Merck Index*, 12th ed. (Merck, NJ, 1996).

#### Fabrication of Er/Yb co-doped phosphate glass waveguides by potassium ion exchange

Duk-Jun Kim, Jang-Uk Shin, Sang-Ho Park, Tae-Hong Kim, Jae-Ki Sim, and Hee-Kyung Sung  
Silica Optical Components Team, Electronics and Telecommunications Research institute, Taejon 305-350, Korea

(Received March 23, 2000, Revised manuscript received May 9, 2000)

One step thermal potassium ion exchange process was carried out to form optical channel waveguides in an Er/Yb co-doped phosphate glass. Flowing oxygen gas into  $\text{KNO}_3$  melt during ion exchange was effective to prevent glass surface damage that causes an increase of waveguide propagation loss. Amplification characteristics of the waveguides were evaluated at  $1.5 \mu\text{m}$  signal wavelength with  $980 \text{ nm}$  laser diode pump. A  $45 \text{ mm}$  long waveguide whose processing parameters had been optimized exhibited a small signal net gain of  $7.5 \text{ dB}$  at the launched pump power of  $160 \text{ mW}$ .

OCIS codes : 130.0130, 160.0160.