

# 退火温度对 Er/Yb 共掺 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜的光致荧光光谱的影响\*

谭 娜 段淑卿 张庆瑜†

(大连理工大学三束材料改性国家重点实验室, 大连 116024)

(2004 年 12 月 21 日收到 2005 年 1 月 21 日收到修改稿)

通过对不同退火条件下 Er/Yb 共掺 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜光致荧光(PL)光谱的系统分析,研究了高 Er/Yb 掺杂浓度所导致的晶体场变化对薄膜 PL 光谱的影响,并结合薄膜结构分析,探讨了 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜的结晶状态在 Er<sup>3+</sup> 激活、PL 光谱宽化中的作用及可能的物理机理. 研究表明,退火处理所导致的 Er<sup>3+</sup> PL 光谱的变化与薄膜的微观状态之间有着密切的联系. 在 600—750℃ 范围内,薄膜呈非晶态结构,薄膜荧光强度的增加主要是薄膜内缺陷减少所致;在 800—900℃ 范围内,γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相的出现是导致荧光强度明显增加的主要原因;当退火温度为 1000℃ 时,Er、Yb 的大量析出致使荧光强度的急剧下降. 此外,对 PL 光谱线形分析表明,各子能级跃迁的相对强度变化是导致荧光光谱宽化的主要因素.

关键词: Er/Yb 共掺, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜, 光致荧光

PACC: 7855, 6170T, 7170

## 1. 引 言

Er<sup>3+</sup> 作为发光材料的增益介质,其内层 4f 电子跃迁的发射波长在 1.53μm 处,对应着标准硅基光纤通讯的最低损耗窗口,在光通讯领域具有举足轻重的地位. 自从掺 Er 光纤放大器成功研制以来,由于掺 Er 平面光波导放大器在光电集成领域所具有的潜在应用前景,使得 Er 掺杂光波导薄膜成为该领域关注的热点. 为了满足 Er 掺杂光波导放大器的尺寸要求,需要尽可能提高 Er 的掺杂浓度和抽运效率. 为此,各国学者对 Er 掺杂浓度、基体材料、Er/Yb 共掺杂比例、薄膜制备工艺以及后处理工艺等问题进行了广泛研究,并取得了一些重要进展<sup>[1-4]</sup>.

与掺 Er 光纤放大器中低 Er 含量的情况有所不同,在相对高的 Er 掺杂浓度下,由于单位体积内 Er 离子密度的大幅度提高,Er<sup>3+</sup> 之间的距离明显减小,使得 Er<sup>3+</sup> 之间的相互作用增强<sup>[5]</sup>. 特别是为了提高 Er<sup>3+</sup> 在 980nm 处的抽运效率而掺入更高浓度的 Yb 后,将有可能导致基体材料中晶体场的变化,从而影

响 Er 的光致荧光(PL)光谱<sup>[6]</sup>. 掺 Er 薄膜的退火后处理是改善薄膜光致荧光特性的重要手段. 退火不仅可以减少薄膜中的缺陷浓度,提高薄膜的密度,而且不同的退火条件将决定着 Er<sup>3+</sup> 的激活比例、薄膜的微观组织结构和 Er<sup>3+</sup> 的晶体场. 因此,研究退火温度对 Er 掺杂薄膜材料 PL 光谱的影响,对于了解高 Er 掺杂浓度和高 Er/Yb 共掺杂浓度条件下的发光机理,改进制备工艺具有重要的理论意义和实用价值.

在以往掺 Er 薄膜材料的荧光光谱研究中,人们在退火温度对荧光强度、荧光寿命的影响方面做了大量的研究工作<sup>[7-9]</sup>,特别是 Polman 等人有关 Er 掺杂 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜荧光寿命的研究,对于了解退火温度影响荧光光谱的物理机理,提供了重要的实验依据. 在以前的研究工作中,我们发现 Yb 的掺入可显著提高 Er<sup>3+</sup> 的光致荧光强度,当 Yb/Er 掺杂比例为 4:1 时,PL 光谱的强度和谱展宽最大<sup>[10]</sup>. 本文的重点是通过对不同退火条件下 Er/Yb 共掺 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜 PL 光谱的系统分析,研究高 Er/Yb 掺杂浓度所导致的晶体场变化对薄膜 PL 光谱的影响,并结合薄膜结

\* 国家自然科学基金(批准号 50240420656)资助的课题.

† E-mail: qy Zhang@dlut.edu.cn

构分析,探讨  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的结晶状态在  $\text{Er}^{3+}$  激活、PL 光谱宽化中的作用及可能的物理机理.

## 2. 实验方法

$\text{Er}/\text{Yb}$  共掺  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜采用反应射频磁控溅射技术,在 JGP450 超高真空磁控溅射设备上制备.采用金属 Al 靶(纯度为 99.99%)作为溅射源,Al 靶直径 60mm,厚 3mm. Er 和 Yb 采用嵌入方式掺杂在 Al 靶中, Yb 与 Er 在靶面上的面积比为 4:1. 基片选择 n 型(100)晶向的单晶硅片,厚度为  $420\mu\text{m}$ ,电阻率为  $2\sim 4\Omega\cdot\text{cm}$ . 在薄膜沉积前,基片经超声波清洗 3—5min,再用去离子水清洗.具体实验工艺参数如下:基片温度保持在  $400^\circ\text{C}$ ,靶基距 60mm,本底真空度高于  $3.0\times 10^{-4}\text{Pa}$ ,工作气压 1.0Pa,氧气与氩气流量比 5 sccm:45 sccm,溅射功率 100W,溅射时间 4 h.制备的试样在马弗炉中进行不同温度退火处理,退火温度的范围为  $600\sim 1000^\circ\text{C}$ ,退火时间为 2h.

不同退火温度下样品的 PL 光谱测量在复旦大学光科学系进行.采用激发波长为 980nm 的半导体激光器作为激光激发光源,输出功率 800mW.利用具有半导体探测器的光谱分析仪采集薄膜的光致荧光光谱,光谱采集范围为 1450—1650 nm.利用 Origin7.0 软件,采用 Lorentzian 多峰拟合方法对薄膜的 PL 光谱进行分峰处理,拟合误差控制在 1% 左右.薄膜的结构分析是在 philips 公司生产的 TECNAI  $\text{G}^2$  高分辨电子显微镜上完成的.

## 3. 结果与讨论

### 3.1. 薄膜的光致发光特性

未经退火处理的  $\text{Er}/\text{Yb}$  共掺  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜,在  $1.53\mu\text{m}$  附近的近红外区域所检测到的  $\text{Er}^{3+}$  的荧光很弱,几乎无法呈现出  $\text{Er}^{3+}$  的荧光光谱特征.当对薄膜进行不同温度的退火处理后,  $\text{Er}/\text{Yb}$  共掺  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜均显示出很强的  $\text{Er}^{3+}$  荧光光谱特征.图 1 是不同退火温度下  $\text{Er}/\text{Yb}$  共掺  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的典型荧光光谱,从图中可以看到  $\text{Er}^{3+}$  的荧光光谱中心峰位在  $1.531\mu\text{m}$  附近,而且随着退火温度的变化,没有发生明显的峰位位移.图 2 是  $\text{Er}/\text{Yb}$  共掺  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜在  $1.531\mu\text{m}$  处的荧光强度随退火温度变化.从图中可以看出,光强随退火温度的变化大致可以分为三个

阶段.在  $600\sim 750^\circ\text{C}$  的退火温度范围内,荧光强度略有增加;在  $800\sim 900^\circ\text{C}$  的退火温度范围内,荧光强度随退火温度的提高显著增加;当退火温度为  $1000^\circ\text{C}$  时,荧光强度急剧下降.这一结果与 Polman 等人<sup>[3]</sup>利用 Er 离子注入掺杂  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的结果相比,除在  $1000^\circ\text{C}$  时有明显不同外,荧光强度随退火温度的总体变化趋势是一致的.这说明退火温度对  $\text{Er}/\text{Yb}$  共掺  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的荧光光谱特性的影响与对  $\text{Er}-\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的影响是类似的.

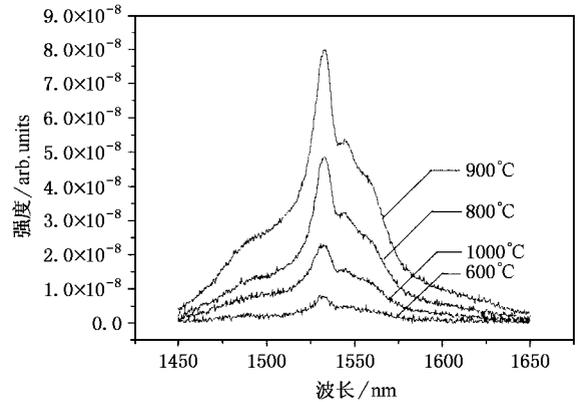


图 1 不同退火温度样品的 PL 谱

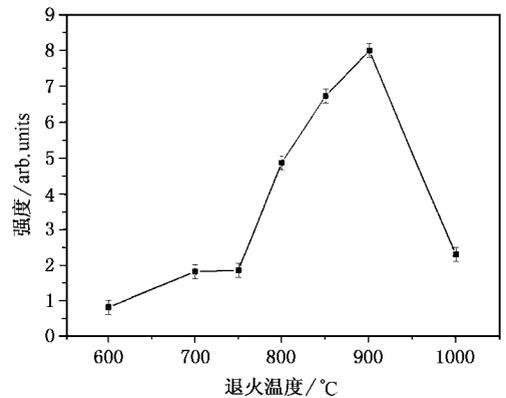


图 2 1531nm 处荧光强度随退火温度的变化

理论分析指出,掺 Er 薄膜的荧光强度正比于  $\text{Er}^{3+}$  的荧光寿命  $\tau$  和激活浓度  $n_{[\text{Er}]}$ <sup>[11]</sup>. Polman 等人通过测量荧光寿命随退火温度的变化发现,在荧光强度随退火温度的提高而缓慢增加的范围内 ( $< 800^\circ\text{C}$ ),荧光寿命也缓慢增加,并与荧光强度随退火温度的变化有着明显的对应关系.因此, Polman 等人认为此时荧光强度的增加主要是由荧光寿命的增加而引起的<sup>[3]</sup>.我们通过透射电子显微镜分析发现:在  $600\sim 750^\circ\text{C}$  退火温度范围内,  $\text{Er}/\text{Yb}$  共掺

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜是非晶态结构,但高温时的薄膜缺陷明显减少.这一结果说明,在 600—750℃的退火温度范围内,虽然薄膜的晶体结构没有发生明显变化,即 Er 周围的化学环境没有发生根本的变化,但有可能发生局域调整.因此,Er<sup>3+</sup> 荧光寿命的增加主要与薄膜中非辐射衰减通道的减少,如空位、OH<sup>-</sup> 等缺陷数目的减少有关,因为薄膜中空位、OH<sup>-</sup> 等缺陷是导致 Er<sup>3+</sup> 发光淬灭的重要因素之一.此外,根据 Judd-Ofelt 理论,荧光寿命与基体的折射率有关<sup>[12]</sup>.随着退火温度的增加,薄膜内部缺陷减少,薄膜密度增加,从而较大幅度地提高了薄膜的折射率,进而导致荧光寿命的显著增加.

Polman 等人的研究结果显示,当退火温度高于 800℃时,虽然 Er<sup>3+</sup> 的荧光寿命明显高于低温时的荧光寿命,但并未随退火温度的增加而有显著变化,即荧光强度的增加与 Er<sup>3+</sup> 的荧光寿命没有显著的关联.这说明此时荧光强度的增加主要是由于光学激活的 Er<sup>3+</sup> 浓度的增加所导致<sup>[3]</sup>.而我们在 800—1000℃范围内的电子显微镜分析的结果显示,此时的 Er/Yb 共掺 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜是 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 结构.这说明,在 750—800℃的退火温度范围内,Er/Yb 共掺 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜发生了从非晶相到 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相的结构转变.从材料密度的角度上看,晶体相的密度一般高于非晶相.因此,此时 Er<sup>3+</sup> 荧光寿命的增加是薄膜折射率变化的结果.换句话说,正是发生了从非晶相到晶态相的相变,才导致薄膜密度的显著变化,使得薄膜密度突然增大,折射率急剧变大,荧光寿命明显增加.同时,正是由于 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相的出现,使得原子间的相对位置比较稳定,薄膜折射率随退火温度的增加变化较小,荧光寿命的变化不大.基于以上分析,我们认为,在 800—900℃的退火温度范围内,光学激活 Er<sup>3+</sup> 浓度的增加与 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 结构有关,即 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 结构更有利于 Er<sup>3+</sup> 的光学激活.我们推测,此时光学激活的 Er<sup>3+</sup> 和 Yb<sup>3+</sup> 应该主要是以替位方式占据着 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 中 Al<sup>3+</sup> 位置,而且 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 中 Al 离子的点阵位置更有利于 Er<sup>3+</sup> 的光学激活.这样,从非晶相 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 到 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相的荧光强度的急剧增加以及 γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相中发光强度随退火温度的提高而显著增加则是薄膜晶格弛豫的必然结果.

对于退火温度为 1000℃时的荧光强度的下降,我们推测可能是 Er/Yb 大量析出的结果.我们利用电子显微镜观察发现,此时薄膜中出现了大量细小的析出颗粒,并出现了 Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的衍射环.这一

结果与 Polman 等人报道的荧光强度随退火温度增加而继续增加的结果有所不同.我们认为,荧光强度随退火温度的变化之所以在 1000℃时产生这种差异,其原因主要是二者的掺杂浓度不同.在我们的 Er/Yb 共掺 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜中,Er、Yb 的总掺杂浓度在 5at% 左右,远远高于 Polman 等人的  $2.3 \times 10^{15}$  Er/cm<sup>2</sup> 的掺杂水平,其 Er 深度分布的峰值浓度仅为 0.23at%.由于 Er、Yb 的离子半径(Er<sup>3+</sup> 为 0.0881nm, Yb<sup>3+</sup> 为 0.0858nm)比 Al 离子半径(Al<sup>3+</sup> 为 0.051nm)大得多,当 Er、Yb 离子以替位形式占据 Al 离子位置时,将导致 Er、Yb 离子周围的晶格发生畸变.所以,在 Er/Yb 离子周围的晶格畸变所产生的应力的作用下,过高的掺杂浓度将导致 Er、Yb 随温度的提高而出现过早析出,从而导致荧光强度的显著下降.

### 3.2. 光致荧光光谱的线形分析

荧光光谱的形状决定着光波导放大器的频带宽度.对于不同基体材料,Er<sup>3+</sup> 的荧光光谱的形状有所不同,半峰宽(FWHM)是评价频带宽度的重要参数.图3是 Er<sup>3+</sup> 的荧光光谱的 FWHM 随退火温度的变化.同时,为了进一步了解导致 FWHM 变化的原因,我们采用类似于文献[12]中分析玻璃基体对 Er<sup>3+</sup> 荧光光谱影响的做法,把荧光强度的一半所对应的波长定义为 HMF (wavelength at half maximum fluorescence intensity),其短波边界为 λ<sub>min</sub>,长波边界为 λ<sub>max</sub>.图3同时给出了 HMF 随退火温度的变化.从图3可以发现,FWHM 和 HMF 的变化大致可分为两个阶段来分析.当退火温度低于 800℃时,FWHM 随退火温度的提高增加明显,λ<sub>min</sub> 变化不大,但 λ<sub>max</sub> 在 700—800℃之间有明显增加.说明在此温度范围内荧光光谱的宽化是长波边界增加的贡献.

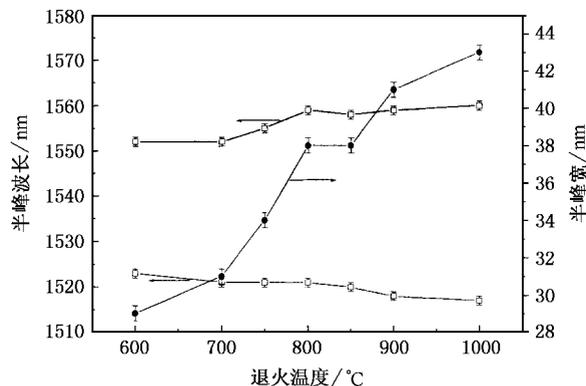


图3 FWHM 与 HMF 随退火温度的变化

当退火温度超过  $800^{\circ}\text{C}$  时, FWHM 随退火温度的提高增加缓慢.  $\lambda_{\min}$  和  $\lambda_{\max}$  均有变化. 这一结果说明, 当退火温度超过  $800^{\circ}\text{C}$  时, 荧光光谱的宽化是  $\lambda_{\min}$  和  $\lambda_{\max}$  共同变化的结果, 而短波边界的贡献略大于长波边界的贡献.

根据掺杂离子发光的量子力学理论,  $\text{Er}^{3+}$  的  $4f$  电子是内壳层电子,  $\text{Er}^{3+}$  从第一激发态  $^4I_{13/2}$  到基态  $^4I_{15/2}$  之间的电偶极跃迁属于禁戒跃迁<sup>[13]</sup>. 但在  $\text{Er}^{3+}$  周围晶体场的作用下, 自旋-轨道多重态分裂成一系列 Stark 能级, 从而导致选择定则的破坏, 进而发生  $^4I_{13/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$  辐射跃迁. Stark 能级分裂的数目与  $\text{Er}^{3+}$  的环境密切相关,  $1.53 \mu\text{m}$  处的荧光光谱是一系列谱线叠加的结果. 理论上  $\text{Er}^{3+}$  的子能级跃迁谱线可多达 56 条<sup>[14]</sup>. 但受到温度淬灭效应的影响, 荧光强度比较弱的子能级跃迁只能在低温下才能看到, 而在室温下只能看到荧光比较强的几个峰. 基于以上考虑, 我们对所测得的荧光光谱进行了分峰拟合处理, 以确定各子能级间相对强度变化和峰形变化对荧光光谱的影响, 进而了解  $\text{Er}/\text{Yb}$  共掺杂对  $\text{Er}^{3+}$  晶体场的影响.

在分峰拟合过程中, 我们发现采用 6 条谱线分峰可以给出最佳的拟合结果, 如图 4 所示. 波长小于  $1488\text{nm}$  和大于  $1600\text{nm}$  的 PL 光谱部分可能是由多个子能级跃迁构成, 但由于它们的相对强度比较弱, 对荧光光谱的宽化贡献很小, 因此我们各用一个单峰近似. 表 1 是分峰处理后各子能级跃迁的统计平均结果. 从表 1 可以看到不仅各子能级跃迁的峰位变化很小, 而且除  $1603 \text{ nm}$  和  $1517 \text{ nm}$  外, 其他子能级的 FWHM 也变化很小, 这说明我们采用的这种分峰方法是比较可信的. 同时, 这一结果也说明非晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  基体和  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  基体对  $\text{Er}^{3+}$  能级分裂的影响是类似的.

表 1 不同温度下各荧光峰的平均拟合结果

平均峰位/nm	峰位方差/nm	平均 FWHM/nm	FWHM 方差/nm
1488.8	$\pm 2.1$	39.9	$\pm 4.7$
1517.5	$\pm 1.6$	37.2	$\pm 10.3$
1531.9	$\pm 0.2$	13.2	$\pm 1.2$
1545.5	$\pm 0.3$	10.6	$\pm 1.1$
1557.5	$\pm 0.8$	27.9	$\pm 1.2$
1603.2	$\pm 1.6$	76.6	$\pm 23.3$

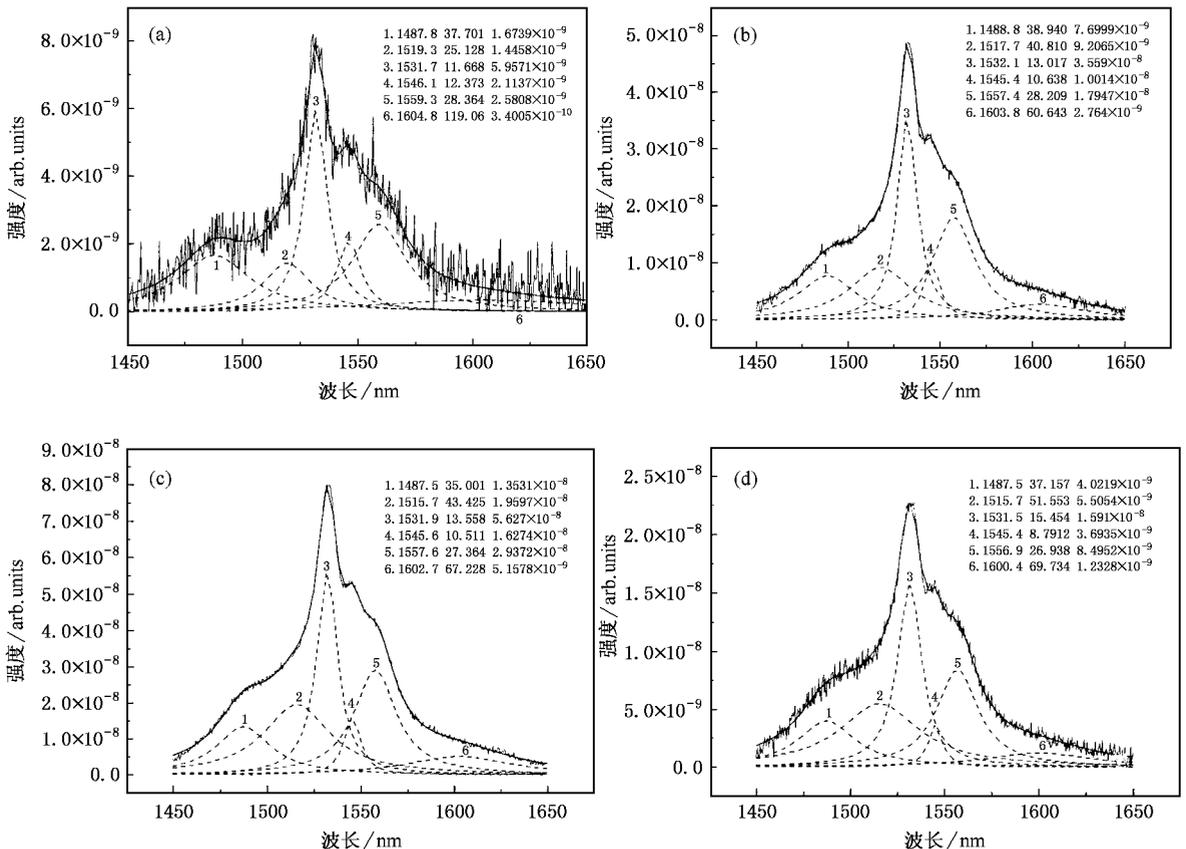


图 4 不同退火温度下样品的荧光光谱拟合 (a)  $600^{\circ}\text{C}$ , (b)  $800^{\circ}\text{C}$ , (c)  $900^{\circ}\text{C}$ , (d)  $1000^{\circ}\text{C}$

从图 3 可以看出荧光光谱的  $\lambda_{\min}$  位于 1517—1525 nm 之间,而  $\lambda_{\max}$  位于 1550—1560 nm 之间.所以,可以认为荧光光谱的 FWHM 和 HFMI 主要受 1517 nm,1532 nm,1545 nm,1557 nm 四个峰的影响.通过分峰拟合发现,各子能级跃迁的峰位并没有随着退火温度的增加而发生明显变化,说明荧光光谱的宽化并非是各子能级跃迁的峰位位移的结果,而可能是各子能级跃迁的自身宽化和相对强度变化所致.图 5 是各子能级跃迁的半峰宽随退火温度变化.从图中可以看到,1532 nm,1545 nm 和 1557 nm 的子能级跃迁的变化比较小,并且随退火温度的变化基本呈线性关系;而 1517 nm 随退火温度的增加宽化明显,在 800 °C 处出现跃变.这一结果说明,从非晶相  $\text{Al}_2\text{O}_3$  到  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  相的结构相变主要改变了 1517 nm 附近的子能级跃迁,导致了荧光光谱的宽化.但这一结果与  $\lambda_{\min}$  的变化并不完全一致,说明荧光光谱 FWHM 的变化还存在各子能级跃迁的相对强度变化的原因.

图 6 是不同退火温度下各子能级跃迁的强度与 1532 nm 波长处强度的相对值随退火温度的变化.可以看出,随退火温度的增加,1545 nm 处峰强相对值缓慢减小,但由于 1545 nm 的绝对峰强较小,所以它对荧光光谱宽化的作用不大.而在整个退火温度范围内,1557 nm 波长处峰强相对值一直增加,而且与  $\lambda_{\min}$  的变化趋势基本一致.由于其绝对强度较大,因此是导致  $\lambda_{\min}$  明显增大的主要原因.在退火温度为 600—750 °C 的范围内,1517 nm 处的相对荧光强度值呈下降趋势,不利于荧光光谱的宽化.在 800—1000 °C 退火温度范围内,1517 nm 处的相对荧光强度值随退火温度的增加而显著增加,说明此时 1517 nm 处的相对荧光强度值的增加是导致  $\lambda_{\min}$  变小的主要原因.结合各子能级跃迁的宽化规律,我们认为,各子能级跃迁的相对强度变化是导致荧光光谱宽化的主要因素,而各子能级跃迁的自身宽化对荧光光谱宽化有一定的贡献.各子能级跃迁的相对强度变化意味着  $\text{Er}^{3+}$  局域晶体场的改变.所以,我们推测,随着退火温度的变化, $\text{Er}^{3+}$ 、 $\text{Yb}^{3+}$  激活比例发生了变化,导致离子的电偶极子之间的相互作用增强,进而改变了  $\text{Er}^{3+}$  局域晶体场.

## 4. 结 论

### 1. 对高掺杂浓度的 Er/Yb 共掺 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜而

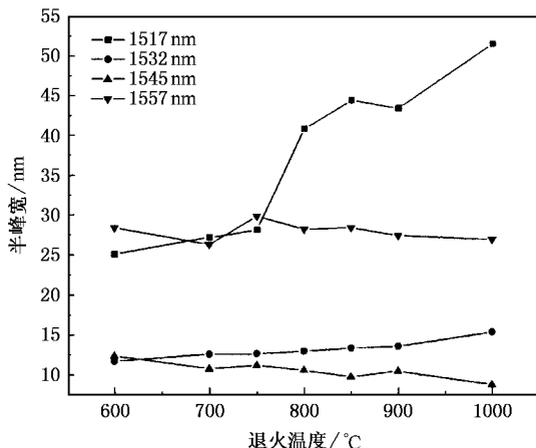


图 5 拟合得到的各子能级跃迁的半峰宽随退火温度的变化

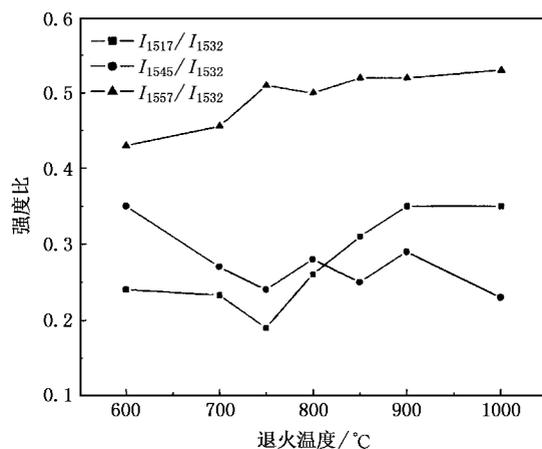


图 6 拟合得到的各子能级跃迁的相对强度随退火温度的变化

言,薄膜的结晶状态与  $\text{Er}^{3+}$  的光致荧光光谱之间有着密切的联系.在 600—750 °C 退火温度范围内,薄膜呈非晶状态,薄膜中缺陷的减少使荧光强度稍有增加;在 800—900 °C 温度范围内, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  相的出现使荧光强度随退火温度的提高而显著增加;当退火温度超过 900 °C 时, $\text{Er}$ 、 $\text{Yb}$  的大量析出导致荧光强度显著下降.

2. 对薄膜光致荧光光谱的线形分析表明,各子能级跃迁的相对强度变化是导致荧光光谱宽化的主要因素.在 600—800 °C 退火温度范围内,1557 nm 波长处峰强相对值增加导致  $\lambda_{\min}$  明显增大,是此温度区间荧光峰半峰宽增大的主要原因;在 800—1000 °C 退火温度范围内,1517 nm 和 1557 nm 处相对荧光强度的增加,使荧光峰的半峰宽进一步增大.

成员在荧光光谱测量方面所提供的大力帮助以及有关荧光

机理研究方面所给予的帮助和建议.

- [ 1 ] Polman A , van den Hoven G N , Custer J S *et al* 1995 *J. Appl. Phys.* **77** 1256
- [ 2 ] Gu G , Ong P P , Cai J H *et al* 1999 *Thin Solid Films* **340** 230
- [ 3 ] Polman A 1997 *J. Appl. Phys.* **82** 1
- [ 4 ] Duan S Q , Tan N and Zhang Q Y 2005 *Chin. Phys.* **14** 615
- [ 5 ] van den Hoven G N , Snoeks E and Polman A 1996 *J. Appl. Phys.* **79** 1258
- [ 6 ] Li S F , Zhang Q Y and Lee Y Q 2004 *J. Appl. Phys.* **96** 4746
- [ 7 ] Strohhofner C and Polman A 2001 *J. Appl. Phys.* **90** 4314
- [ 8 ] Kik P G and Polman A 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 5008
- [ 9 ] Chryssou C E , Paaquale F D and Pitt C W 2001 *Journal of Lightwave Technology* **19** 345
- [ 10 ] Tan N and Zhang Q Y 2005 *Acta. Optica Sinica* **25** 284
- [ 11 ] Fleuster M and Ch. Buchal 1994 *J. Appl. Phys.* **75** 173
- [ 12 ] Jha A and Naftaly M 2000 *Physical Review B* **62** 6215
- [ 13 ] Sardar D K , Gruber J B , Zandi B *et al* 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 2041
- [ 14 ] Miniscalco W J 1991 *J. Lightwave Technol.* **9** 234

## Influence of annealing temperature on the luminescence of Er/Yb co-doped Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Films \*

Tan Na Duan Shu-Qing Zhang Qing-Yu<sup>†</sup>

( State Key Laboratory of Materials Modification by Laser , Ion and Electron Beams , Dalian University of Technology , Dalian 116024 , China )

( Received 21 December 2004 ; revised manuscript received 21 January 2005 )

### Abstract

The influence of annealing temperature on the photo-luminescence ( PL ) of high concentration Er/Yb co-doped Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films was studied. The relationship between PL spectra and microstructure of the films at various annealing temperatures was revealed by analyzing the dependence of the intensity and the full width at half-maximum of the PL spectra on the annealing temperature. The PL measurement shows that the annealing behavior may be split into three different regimes. Below 750°C , the intensity increases with the increase of annealing temperature with a small slope , which corresponds to the amorphous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films. Between 800°C and 900°C , the PL intensity increases considerably , where the microstructure of the films was identified to be composed of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grains in nano-meter scale ; At the temperature of 1000°C , the intensity of PL spectrum decreases to a very low level ,  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grains and the segregation of Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phases were observed by using transmission electron microscopy. Furthermore , the dependence of PL spectrum shape on the PL intensity of sub-level transition was analyzed and discussed by fitting the PL spectra at various temperatures.

**Keywords :** Er/Yb co-doping , Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film , Photoluminescence ( PL )

**PACC :** 8755 , 6170T , 7170

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China ( Grant No. 50240420656 ).

<sup>†</sup> E-mail : qyzhang@dut.edu.cn