高周波基板バイアススパッタ法における高エネルギーイオン照射による VO_2 薄膜の転移特性制御

High-energy ion irradiation effect in modifying transition characteristics of VO_2 films in rf substrate bias sputtering

東海大院理工 [1]，大阪大学 [2]，トゥール大 GREMAN[3]
○ヌルー ハニス アズハン[1], 沖村 邦雄[1], 大坪 嘉之[2], 木村 真一 [2], ムスタファ ザグリウィ[3], 坂井 穣[3]
Graduate School of Science and Technology, Tokai Univ. [1], Osaka Univ. [2], GREMAN, Univ. Tours [3]
Nurul Hanis Azhan[1], Kunio Okimura[1], Yoshiyuki Ohtsubo[2], Shin-ichi Kimura[2], Mustapha Zaghrioui[3], and Joe Sakai[3]
Email: nurulhanisazhan@gmail.com

二酸化バナジウム VO_2 は比較的低温の 68°C 付近において低温相の単斜晶(Monoclinic, M1 相)から高温相の正方晶（Tetragonal-Rutile, R 相）へ構造変態（Structural Phase Transition, SPT）を起こし絶縁体—金属転移（Insulator-Metal Transition, IMT）による 4～5 桁の急激な抵抗率変化を示す．VO_2 はボロメータやセンサーなどへの応用が期待されている．その為，転移温度や抵抗温度係数（TCR）やヒステリシスの制御が必要となる．特定の基板を導入する方法又は不純物ドーピング法を用いて転移温度制御が可能であるが，膜厚制限や転移特性の鈍化が問題となっている．我々は反応性スパッタ法において基板バイアス印加法を利用し，室温に近い温度まで転移温度をシフトさせた [1]．この手法によって，IMT 及びヒステリシスを維持しながらより厚い膜においても転移温度シフトが可能になるものと期待できる．そこで今回，Al_2O_3 (001)基板上へのバイアス印加 VO_2 薄膜成長において 150 nm 程度以上の厚い膜におけるイオンエネルギー効果について詳細に調べた．

成膜は金属 V (99.9%)をターゲットとする反応性スパッタ法において，基板に高周波バイアスを印加して行った．基板温度 400°C，Ar-O_2 ガス圧 0.5 Pa，O_2 流量 2.5 sccm，Ar 流量 38 sccm，ターゲット RF パワー200 W を固定条件とした．基板バイアス印加のため 50 × 50 mm^2 のバナジウム板をヒータ上に設置し，基板バイアスパワーを 0～40 W と変化させた．膜厚を 150 nm にする為成膜時間を 20～70 min と変化させて成膜を行った．

基板バイアスパワーを 20 W から 40 W に増加させると，負の自己バイアス電圧絶対値は 200 V から 300 V に増加し，スパッタ時の入射イオンエネルギーは 225 eV から 325 eV に増加した．Fig. 1 は高分解能 TEM 像から見積もった 20W と 40 W における膜の面内 $c_M \sin\beta(a_R)$ 軸長と面直 b_M 軸長である．バイアスパワー増加によって，面直軸長の伸張と面内軸長の短縮が生じていることがわかる．Fig. 2 は XPS による V2p スペクトルに対するカーブフィッティングによって評価した VO_2 膜の価電子状態変化である．イオンエネルギー増加と共に酸素欠陥を生じ，V2$p_{3/2}$ スペクトルにおける低原子価状態(V^{3+}と V^{2+})の割合が顕著に増加することがわかる．Inset 図は V2$p_{3/2}$ スペクトルである．Fig. 3 にバイアスパワー0 から 40 W で堆積した膜の *R-T* 特性を示す．VO_2 膜の転移温度は高エネルギーイオン照射下において 35°C 付近まで低下している．これらの結果から，基板バイアス印加法における VO_2 の転移温度シフトは面内軸長の短縮及び酸素欠陥生成の双方に起因するものと考えられる．講演では VO_2 の転移特性において重要となる V-V ペアのストレス状態やフェルミ準位状態を含めて高イオンエネルギー照射による転移特性制御の詳細について報告する．

1) Nurul Hanis Azhan *et al.* :J. Appl. Phys. **177** (2015) 185307.

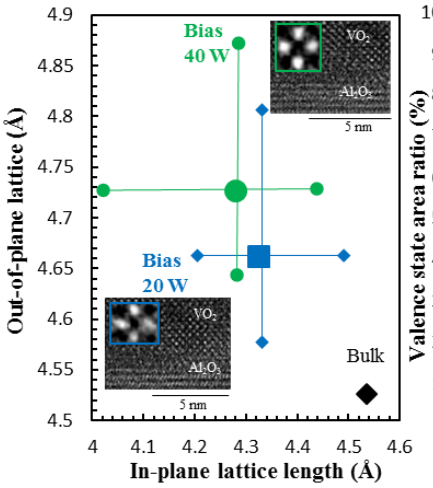

Fig. 1 Out-of-plane and in-plane lattice length of films deposited at bias 20 and 40 W. Inset shows the TEM image of film deposited to films deposited at 20 and 40 W.

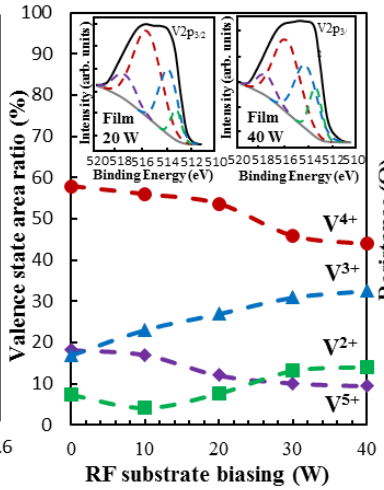

Fig. 2 Valence state area ratio changes for films deposited at substrate biasing power differs from 0 to 40 W. Inset shows the XPS results of V2$p_{3/2}$ spectra for films deposited at 20 and 40 W.

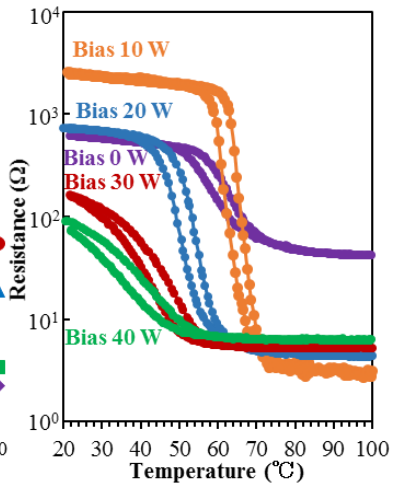

Fig. 3 *R-T* characteristics for films deposited at different substrate biasing power of 0, 10, 20, 30, and 40 W.

© 2016年 応用物理学会