

基板バイアス印加スパッタ法における再結晶化現象と μm サイズ VO_2 結晶粒成長

Occurrence of recrystallization phenomenon and the growth of μm -sized VO_2 grains by substrate biasing in reactive sputtering

東海大学, [○]松岡 耕平, スルー ハニス アズハン, 沖村 邦雄

School of Engineering, Tokai University, [○]Kohei Matsuoka, Nurul Hanis Azhan, Kunio Okimura

Email: kohei.matsuoka1468@gmail.com

二酸化バナジウム(VO_2)は 68°C 付近で絶縁体-金属転移(Insulator-Metal Transition: IMT)を生じ抵抗値が $4\sim 5$ 桁にわたって変化する。この特性を利用し、抵抗温度センサーや室内温度を制御するスマートウィンドウなどに応用が期待されている。

本研究では金属バナジウム (99.9%)をターゲットとする反応性スパッタ法において、基板ステージ($50\times 50\text{ mm}^2$ の V プレート)に 13.56 MHz の高周波(rf)バイアスを印加して Al_2O_3 (001)上に VO_2 薄膜を成膜した。バイアス印加によって負の自己バイアス電圧($-V_{dc}$)が発生するため、成膜中のイオン照射エネルギーの増加によって VO_2 結晶成長を促進できる。[1] 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 , 成膜時間 40 min , ターゲットの電力 200 W の時、特定の基板バイアス電力において、 Al_2O_3 (001)上 VO_2 薄膜の典型的な結晶粒サイズである数十~数百 nm 程度に比べて格段に大きい、数 μm 以上の単結晶ドメインが成長した。本研究では、基板側のバイアス電力を $0\sim 10\text{ W}$ ($-V_{dc}$: $0\sim 121\text{ V}$)の間で変化させて成膜することで μm サイズの VO_2 結晶粒の成長メカニズムを検討した。また、 VO_2 と格子整合のない Si (100)基板に対するバイアス効果を調べた。

Fig. 1 (a)はバイアス電力変化時の $\text{VO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ の XRD パターンである。すべてにおいて VO_2 (020)が配向成長しており、 5 W のみで VO_2 (020)とともに(011)が配向成長した。また、 0 W において V_6O_{13} のピークが確認された。Fig. 1 (b)の SEM 像において、 5 W のみ数百 nm サイズの結晶粒とともに数 μm サイズの結晶粒が観測された。XRD 及びラマン分光測定により、 nm サイズの結晶粒では VO_2 (020)配向が観測され、 μm サイズの結晶粒では VO_2 (011)配向が観測された。また、 10 W において見られるように、イオン照射エネルギーの増加とともに nm サイズ結晶粒が小さくなっていることが分かった。Fig. 1 (c) は $\text{VO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (5 W)の EPMA による酸素濃度のマッピング結果である。 μm サイズの結晶粒では nm サイズの結晶粒に比べて酸素濃度が多いことが分かる。これらの結果により、 VO_2 と過酸化相 VO_x ($x > 2$)の結晶粒が共存するため、 T_c/T_m の値が大きい低融点過酸化相の結晶粒を核として、 VO_2 の最安定面である (011)配向が μm サイズで成長する再結晶化が生じたものと考えられる。Fig. 2 (a)はバイアス電力変化時の VO_2/Si の XRD パターンである。すべてにおいて VO_2 (011)が成長している。Fig. 2 (b)の SEM 像において、 2 W では $1\mu\text{m}$ 程度の結晶粒が観測された。 2 W からイオン照射エネルギーを上げていくと、結晶粒は密になり、同時に結晶サイズが小さくなっている。発表では作製した VO_2 薄膜の電気的特性及びラマン分光の結果等から μm サイズの結晶成長メカニズムを検討する。

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

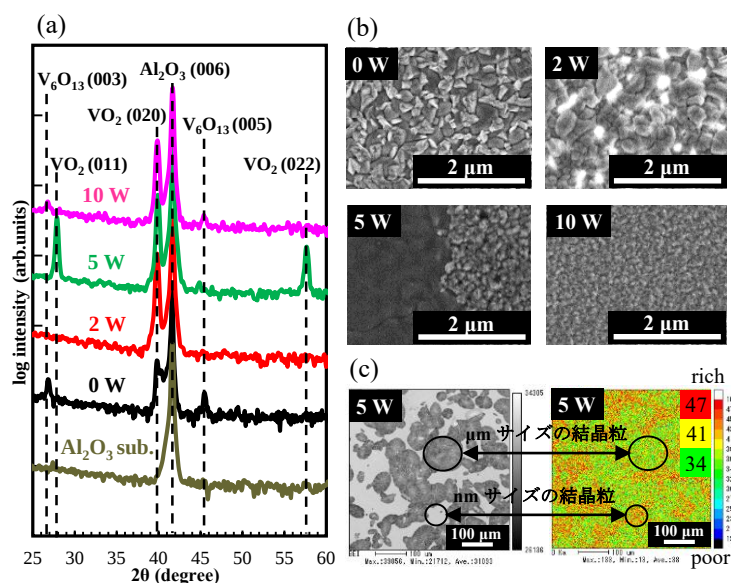


Fig. 1 (a) Rf 基板バイアス変化時の $\text{VO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (001)の XRD パターンと (b) SEM 像, (c) 5 W の EPMA 酸素濃度マッピング。

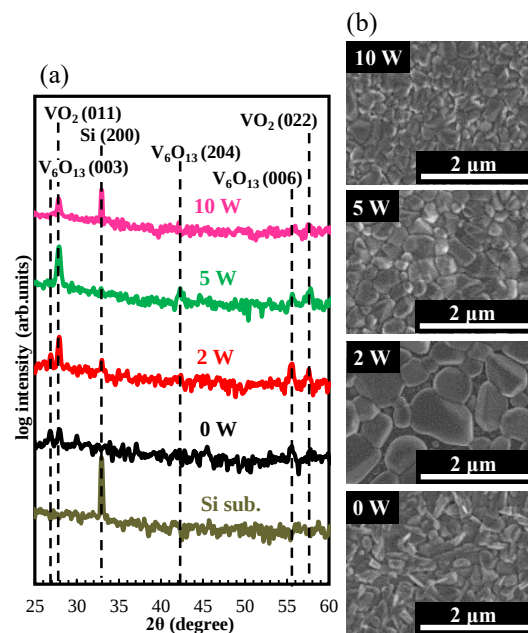


Fig. 2 (a) Rf 基板バイアス変化時の VO_2/Si (100)の XRD パターンと (b) SEM 像。