## 過酸化相を核とする再結晶を利用した Si 基板上 VO2 薄膜の配向成長 — 基板バイアス印加スパッタ法による再結晶化 — Oriented growth of VO2 films on Si (100) through recrystallization of initially grown VOx (x>2) phases - Recrystallization by biased reactive sputtering -東海大院工, °松岡 耕平, 沖村 邦雄 Graduate School of Engineering, Tokai Univ. °Kohei Matsuoka and Kunio Okimura

## このの 二酸化バナジウム(VO<sub>2</sub>)は室温では絶縁体的性質を示す一方,68℃付近において絶縁体-金属相転移を生じ,抵 抗値が 4-5 桁程度低い金属的性質を示す.そのため,汎用性の高い Si 基板上へ VO<sub>2</sub>成膜することで,CTR サー ミスタや光変調器等への適用が期待できる.しかし,VO<sub>2</sub>と格子整合を有しない Si 基板上への堆積ではサファ イアや TiO<sub>2</sub>基板上のように配向成長しないため,急峻で大きな抵抗値変化を得ることは難しい.そこで我々は 2018 年秋の応用物理学会にて,基板バイアス印加スパッタ法を用いた Si 基板上 VO<sub>2</sub>薄膜の配向成長による電 気的特性の改善を報告した.<sup>[1]</sup> この配向成長は,基板バイアス印加によるイオン照射エネルギーの増加が塑性 変形を駆動する役割を果たし,ある時間でマトリクス結晶粒がエネルギー的に不安定となることで再結晶化 してエネルギー的安定面への優先配向が生じると考えられる.また,基板バイアス印加のタイミングが重要で あり,V<sub>6</sub>O<sub>13</sub> や V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> などの過酸化相を成膜初期に成長させた後,成膜途中から基板バイアスを印加することで 最終的に VO<sub>2</sub> が配向成長する.この成膜方法は,低融点の過酸化相が VO<sub>2</sub> 薄膜の再結晶核になるという我々の 過去の考察結果を基にした手法である.<sup>[2]</sup>また,低融点の V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> が annealing によって VO<sub>2</sub> micro/nanowire の核 形成を促進したという報告もなされている.<sup>[3]</sup>本研究では Si 基板上 VO<sub>2</sub> 薄膜が配向成長するために適した初 期過酸化相成長の時間を求めるために,初期過酸化相の成膜時間を変化させて成膜を行った.

成膜には rf 基板バイアス印加スパッタ法を用い, 基板温度 420℃, Ar-O<sub>2</sub> ガス圧 0.5 Pa, O<sub>2</sub> 流量 1.5 sccm, Ar 流 量 38 sccm, ターゲット電力 200 W, 基板バイアス印加による負の自己バイアス電圧(*V*<sub>dc</sub>)は-120 V 程度とした. O<sub>2</sub> 流量は Conventional スパッタにおいて過酸化相が成長し易い条件である.また, Conventional スパッタによ る成膜時間を 20, 30 40, 50 分と変化させ, その後 20 分間基板バイアスを印加して成膜を行った.

XRD 測定の結果を Fig.1 に示す. すべてのサンプルにおいて VO<sub>2</sub>(011)のピークを観測した. なお, Conventional スパッタのみのサンプルでは V<sub>6</sub>O<sub>13</sub>の(001) 配向を観測した. 次に, VO<sub>2</sub>(011)面に対するロッキングカーブ測定の結果を Fig. 2 に示す. Conventional スパッタ 30 分以上のサンプルにおいて VO<sub>2</sub>(011)の配向成長を観測したことから,初期過酸化相の成膜時間をある時間以上に増やすことで配向成長を観測でき,本研究においては 30 分以上の初期過酸化相成長が適していることが分かった. さらに, Fig. 3 に R-T 特性評価の結果を示す. VO<sub>2</sub>の (011)配向を観測したサンプルでは急峻な抵抗値変化を得られたが,初期抵抗が低いため転移幅は 2 桁程である. これは,低抵抗の過酸化相である V<sub>6</sub>O<sub>13</sub>が混じっているためと考えられる. 発表では XRD 測定以外の分析結果も含めて配向成長の状態を示すとともに,再結晶を利用した配向成長にとって重要な条件をより明確に する.

[1] 松岡 耕平, 沖村 邦雄, 第 79 回応用物理学会秋季学術講演会, 19a-234B-4 (2018). [2] N. H. Azhan, K. Okimura, K. Matsuoka *et al.*, J. Vac. Sci. Technol. A **35**, 061508 (2017). [3] C. Cheng, K. Liu, B. Xiang *et al.*, Appl. Phys. Lett. **100**, 103111 (2012).







Fig. 1 XRD  $2\theta$ - $\omega$  scan profiles for VO<sub>2</sub> films on Si with different deposition time of conventional.

Fig. 2 Rocking curves ( $\omega$ -scan) corresponding to VO<sub>2</sub> (011) peak for VO<sub>2</sub> films on Si with different deposition time of conventional.

**Fig. 3** R-T characteristics for VO<sub>2</sub> films on Si with different deposition time of conventional.