

## 快速热处理制备相变氧化钒薄膜及其特性研究\*

武斌<sup>†</sup> 胡明 后顺保 吕志军 高旺 梁继然

(天津大学电子信息工程学院, 天津 300072)

(2012年2月16日收到; 2012年3月8日收到修改稿)

采用直流对靶磁控溅射在 Si(100) 基底上沉积金属 V 薄膜, 然后分别在纯氧气环境和纯氮气环境下进行快速热处理制备具有金属 - 半导体相变特性的氧化钒 ( $\text{VO}_x$ ) 薄膜, 热处理条件分别为纯氧气环境下 430 °C/40 s, 450 °C/40 s, 470 °C/40 s, 450 °C/30 s, 450 °C/50 s, 纯氮气环境下 500 °C/15 s. 用 X 射线衍射仪、X 射线光电子能谱、原子力显微镜和扫描电子显微镜对薄膜的结晶结构、钒的价态和组分以及微观形貌进行分析. 利用四探针薄膜电阻测量方法和 THz 时域频谱技术分析薄膜的电学特性和光学特性. 结果表明: 金属 V 薄膜经过纯氧气环境 450 °C/40 s 快速热处理后形成了具有低相变特性的  $\text{VO}_x$  薄膜, 升温前后薄膜方块电阻变化幅度达到两个数量级, THz 透射强度变化幅度较小. 为了提高薄膜的相变特性, 对制备的  $\text{VO}_x$  薄膜采用纯氮气环境 500 °C/15 s 快速热处理, 薄膜的相变特性有了明显提升, 相变前后方块电阻变化达到 3 个数量级, THz 透射强度变化达到 56.33%.

**关键词:** 快速热处理, 磁控溅射, 氧化钒薄膜, 相变特性

**PACS:** 81.40.Gh, 81.05.Hd, 81.40.Rs, 81.40Tv

## 1 引言

19 世纪 60 年代, 科学家 Morin 在贝尔实验室发现氧化钒的相变特性<sup>[1]</sup>, 从此越来越多的人开始关注并研究氧化钒. 钒具有 20 多种的氧化物, 13 种不同的相, 以  $\text{V}^{+3}$ ,  $\text{V}^{+4}$ ,  $\text{V}^{+5}$  为主, 其中  $\text{VO}_2$  在 68 °C 发生金属 - 半导体相变, 从低温时的单斜金红石结构变为高温时的四方金红石结构<sup>[2]</sup>, 在所有氧化物中相变温度最接近室温, 由于  $\text{V}^{+4}$  极不稳定, 直接制备单质  $\text{VO}_2$  薄膜比较困难, 因此主要以提高氧化钒薄膜中  $\text{VO}_2$  的含量来提高薄膜的性能. 氧化钒薄膜相变前后电学和光学性能的剧烈变化使得它广泛的应用于智能窗<sup>[3]</sup>、微测辐射热计<sup>[4]</sup>、相变存储器<sup>[5]</sup>和光学开关<sup>[6]</sup>等领域.

氧化钒薄膜的相变特性决定于薄膜的结晶状况、化学组分以及微观形貌, 这些因素对薄膜的相变特性有很大的影响, 然而结晶状况、化学组分以

及微观形貌的不同取决于薄膜制备工艺的不同, 因此选择合适的制备工艺不仅可以提高薄膜的相变特性, 而且可以降低成本, 提高效率. 目前国内外制备氧化钒薄膜方法主要有: 蒸发法<sup>[7]</sup>、反应溅射法<sup>[8]</sup>、脉冲激光沉积法<sup>[9]</sup>、溶胶 - 凝胶法<sup>[10]</sup>等. 其中反应溅射法是工业应用前景最广泛的方法<sup>[11]</sup>, 一般以纯度较高的金属钒为靶材, 用 Ar- $\text{O}_2$  等离子体溅射制备氧化钒薄膜, 后续经过惰性气体中的热处理来改善薄膜中  $\text{VO}_2$  的结晶状况、化学成分以及颗粒微观形貌<sup>[12]</sup>, 进而提高薄膜的相变特性. 由于直接制备  $\text{VO}_2$  窗口窄<sup>[13]</sup>, 制备过程中需要精确控制氩气和氧气的比例, 它直接影响所制备薄膜的化学组分<sup>[11,14]</sup>, 因此制备工艺比较复杂. 本文研究了一种新的方法, 首先利用溅射法直接制备金属 V 薄膜, 然后利用快速热处理的方法, 分别在纯氧气和纯氮气环境下进行快速热处理, 改善了薄膜中  $\text{VO}_2$  的结晶状况、化学成分以及颗粒微观形貌, 进而提高了薄膜的相变特性. 每个热处理过程

\* 国家自然科学基金青年科学基金 (批准号: 61101055) 和高等学校博士学科点专项科研基金 (批准号: 20100032120029) 资助的课题.

<sup>†</sup> E-mail: tju\_wubin@yahoo.cn

仅采用单一气体, 制备工艺相对简单, 在此基础上, 进一步研究了所制备的氧化钒薄膜的电学相变特性、结晶状况、化学组分、微观形貌以及光学相变特性.

## 2 实验

### 2.1 金属钒薄膜的制备

基片选用  $\langle 100 \rangle$  晶向单晶本征硅片, 将硅片切割成  $10 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$  的小样片, 采用标准清洗工艺对样片进行清洗, 烘干后放入 DPS-III 型超高真空对靶磁控溅射镀膜机基片架上, 基片架为可沿轴旋转的正六边形柱体, 可放置六个基片, 基片到两靶中心的距离为  $57 \text{ mm}$ , 靶材为 99.96% 金属钒靶, 对靶间距  $60 \text{ mm}$ . 溅射前将真空室的本体真空抽至  $2.3 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ , 工作气体为 Ar 气, 工作压强为  $2 \text{ Pa}$ . 首先进行预溅射以清除靶材表面的污物, 然后在基片上沉积  $10 \text{ min}$  的金属 V 薄膜, 溅射功率为  $165 \text{ W}$ .

### 2.2 氧化钒薄膜的形成

将制备好的金属 V 薄膜样品在纯氧气环境下进行快速热处理, 其条件为  $430 \text{ }^\circ\text{C}/40 \text{ s}$ ,  $450 \text{ }^\circ\text{C}/40 \text{ s}$ ,  $470 \text{ }^\circ\text{C}/40 \text{ s}$ ,  $450 \text{ }^\circ\text{C}/30 \text{ s}$ ,  $450 \text{ }^\circ\text{C}/50 \text{ s}$ , 为了提高薄膜的相变特性, 后续我们采用纯氮气保护下的快速热处理, 其条件为  $500 \text{ }^\circ\text{C}/15 \text{ s}$ <sup>[15]</sup>. 热处理设备为美国 Allwin21 公司生产的 AG610 设备, 采用高功率卤素灯管加热升温, 降温采用水冷和压缩空气同时进行. 实验中快速热处理的升温速率均为  $50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ , 升温和降温气体流量均为  $10 \text{ slpm}$ , 保温气体流量均为  $3 \text{ slpm}$ .

### 2.3 性能测试

对所制备的氧化钒薄膜进行性能表征, 薄膜的电学特性采用 RTS-8 型四探针结合精度为  $0.1 \text{ }^\circ\text{C}$  的温控加热器来测量; 利用 Rigaku D/max 2500v/pc 型 X 射线衍射 (XRD) 仪分析薄膜的结晶状况, 激发源采用铜靶 ( $\text{Cu } K\alpha = 0.15406 \text{ nm}$ ); 利用 PHI-1600 型 X 射线光电子能谱 (XPS) 对薄膜中钒的价态和组分进行分析和测量; 利用 Nanosurf easyScan 2 型原子力显微镜 (AFM) 和 Hitachi S-4800 型扫描电子

显微镜 (SEM) 观察薄膜的微观形貌; 光学特性采用标准的 8-fTHz 时域频谱系统 (THz-TDS) 结合温控加热器来测量, 该系统是以钛宝石飞秒激光器为抽运源, 脉宽  $50 \text{ fs}$ , 工作中心波长  $800 \text{ nm}$ , 平均功率  $520 \text{ mW}$ , 有效频谱范围为  $0.3\text{—}2.5 \text{ THz}$ .

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 薄膜的电学特性研究

利用四探针法测量所有样品的电阻 - 温度特性, 如表 1 所示. 从  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  升温到  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  过程中, 所有样品的电阻均出现负温度特性, 在表中我们比较了纯氧气环境下, 相同氧化时间不同氧化温度以及相同氧化温度不同氧化时间的快速热处理条件所制备薄膜的电学特性, 可以看出, 快速氧化热处理条件为  $450 \text{ }^\circ\text{C}/40 \text{ s}$  制备的薄膜方块电阻变化幅度最大, 升温前后方块电阻变化幅度接近两个数量级. 对其后续进行了纯氮气环境下的快速热处理后, 升温前后方块电阻的变化幅度接近三个数量级, 相变特性得到很好的提升. 为了便于后续的比较, 我们标记未热处理的金属 V 薄膜为 S0; 经过纯氧气环境下  $450 \text{ }^\circ\text{C}/40 \text{ s}$  快速热处理制备的薄膜为 S1; 后续 S1 经过纯氮气环境下  $500 \text{ }^\circ\text{C}/15 \text{ s}$  快速热处理制备的薄膜为 S2.

图 1(a) 给出了样品 S1 和 S2 的电阻 - 温度曲线, 可以看出经过纯氧气环境下  $450 \text{ }^\circ\text{C}/40 \text{ s}$  快速热处理后 (S1), 相变曲线形成了很好的热滞回线, 表明薄膜具有了相变特性. S1 经过纯氮气环境下  $500 \text{ }^\circ\text{C}/15 \text{ s}$  快速热处理后 (S2), 薄膜的电阻整体降低, 同时热滞回线的变化幅度增加, 说明薄膜的相变特性得到增强, 显示薄膜具有了很好的热致相变特性. S2 薄膜升温过程中,  $42 \text{ }^\circ\text{C}$  前, 薄膜方块电阻下降比较缓慢, 从  $72.5 \text{ k}\Omega/\square(20 \text{ }^\circ\text{C})$  降到  $15.4 \text{ k}\Omega/\square(42 \text{ }^\circ\text{C})$ ; 在  $42 \text{ }^\circ\text{C}\text{—}52 \text{ }^\circ\text{C}$ , 薄膜的方块电阻开始迅速下降, 从  $15.4 \text{ k}\Omega/\square(42 \text{ }^\circ\text{C})$  降到  $0.2 \text{ k}\Omega/\square(52 \text{ }^\circ\text{C})$ , 薄膜的相变特性表现在这一阶段;  $52 \text{ }^\circ\text{C}$  后, 薄膜的方块电阻下降过程趋于平缓, 从  $0.2 \text{ k}\Omega/\square(52 \text{ }^\circ\text{C})$  降到  $80.0 \text{ }\Omega/\square(80 \text{ }^\circ\text{C})$ . 为了比较精确地了解薄膜的相变参数, 我们采用了与 Brassard 等<sup>[16]</sup> 相类似的方法, 如图 1(b) 所示. 图中  $d(\lg(R))/dt$  最小点为阻值变化的最大点, 即相变温度  $T_c$ , 曲线的半高宽 (full width at

half maximum, FWHM) 表示相变持续的温度宽度  $\Delta T$ , 升温时的相变温度与降温时的相变温度之差为热滞宽度. 从图中可以看出, S1 样品升温时薄膜的相变温度为 56 °C, 相变宽度 9 °C, 降温时的相变温度为 42 °C, 相变宽度 10 °C, 薄膜的

热滞宽度为 14 °C; S2 样品升温时薄膜的相变温度为 48 °C, 相变宽度 10 °C, 降温时的相变温度为 39 °C, 相变宽度 11 °C, 薄膜的热滞宽度为 9 °C. 经过后续处理后薄膜的相变温度降低, 热滞宽度变窄.

表 1 样品的电学特性

	热处理条件	薄膜方阻 $R_1$	薄膜方阻 $R_2$	$R_1/R_2$	
		(20 °C)	(80 °C)		
不同温度	430 °C/40 s	200.1 $\Omega/\square$	172.3 $\Omega/\square$	1.1	
	450 °C/40 s (S1)	251.8 k $\Omega/\square$	3.7 k $\Omega/\square$	68.0	
	470 °C/40 s	354.5 k $\Omega/\square$	22.1 k $\Omega/\square$	16.0	
快速热处理	不同	450 °C/30 s	515.1 $\Omega/\square$	345.0 $\Omega/\square$	1.4
	时间	450 °C/40 s (S1)	251.8 k $\Omega/\square$	3.7 k $\Omega/\square$	68.0
		450 °C/50 s	183.3 k $\Omega/\square$	5.6 k $\Omega/\square$	32.7
后续纯氮气环境下	500 °C/15 s (S2)	72.5 k $\Omega/\square$	80.0 $\Omega/\square$	906.2	
快速热处理					

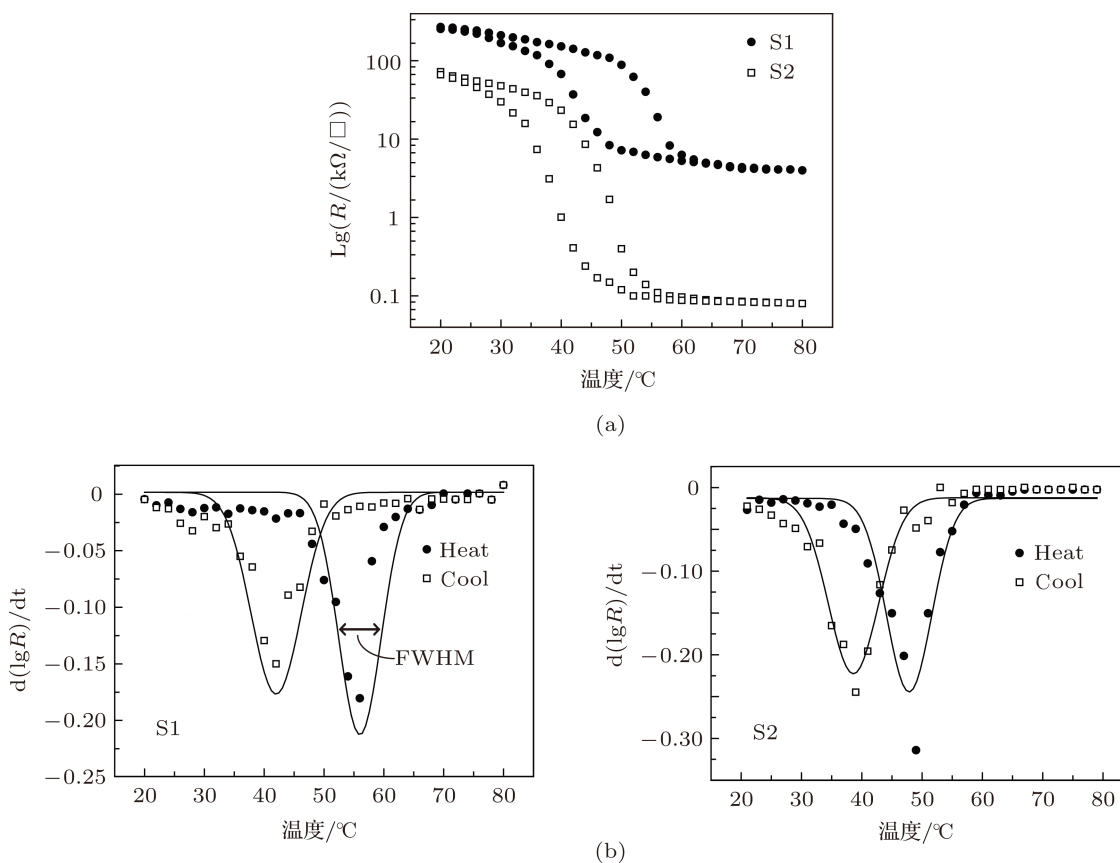


图 1 样品 S1 和 S2 的电阻 - 温度曲线和相变特性 (a) 样品 S1 和 S2 的电阻 - 温度曲线; (b) 样品 S1 和 S2 的相变特性

### 3.2 薄膜结晶状况分析

利用 XRD 仪对样品进行测试, 如图 2 所示.

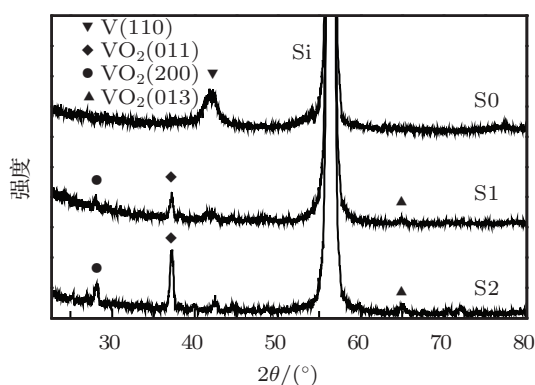


图 2 样品 XRD 衍射图谱

从图中可以看出, 未热处理的金属 V 薄膜 (S0) 在  $2\theta = 42.14^\circ$  处出现衍射峰, 由标准 XRD 数据卡片对照可知, 此处的衍射峰为 V(110). 经过纯氧气环境下  $450^\circ\text{C}/40\text{ s}$  快速热处理后 (S1), V(110) 衍射峰消失, 在  $2\theta = 27.89^\circ$ ,  $37.13^\circ$  和  $64.96^\circ$  处均出现了单斜金红石结构的  $\text{VO}_2(011)$ ,  $\text{VO}_2(200)$  和  $\text{VO}_2(013)$  衍射峰, 说明经过氧化后薄膜的结晶性能良好, 薄膜的成分发生了变化, 生成的氧化钒薄膜中已经含有  $\text{VO}_2$  成分. 我们将 S1 薄膜经过纯氮气环境下  $500^\circ\text{C}/15\text{ s}$  快速热处理后 (S2), 薄膜的结晶结构无明显变化, 但  $\text{VO}_2$  的衍射峰值明显增强, 说明经过后续热处理后薄膜的结晶状况得到很好的提高.

### 3.3 薄膜的成分分析

为了进一步了解薄膜相变特性的差异, 我们利用 XPS 对薄膜进行成分分析, 如图 3 所示. V 原子由于自旋作用分裂出的  $\text{V}(2p_{3/2})$  电子层能反映出 V 的价态信息. 从图 3(a) 可以看出, 经过纯氧气环境下  $450^\circ\text{C}/40\text{ s}$  快速热处理后 (S1),  $\text{V}(2p_{3/2})$  峰中心处的电子结合能为  $516.75\text{ eV}$ , 介于  $\text{V}^{+4}$  ( $515.8\text{ eV}$ ) 和  $\text{V}^{+5}$  ( $517.2\text{ eV}$ )<sup>[17]</sup> 之间, 且接近于  $\text{V}^{+5}$ , 说明经过快速热氧化后, 薄膜以  $\text{V}_2\text{O}_5$  为主. S1 经过纯氮气环境下  $500^\circ\text{C}/15\text{ s}$  快速热处理后 (S2),  $\text{V}(2p_{3/2})$  峰中心处的电子结合能变为  $515.73\text{ eV}$ , 与  $\text{V}^{+4}$  的电子结合能很接近,

说明经过退火后, 薄膜的成分发生了很大变化, 以  $\text{VO}_2$  为主. 为了进一步的确定各个组分的含量, 对  $\text{V}(2p_{3/2})$  峰进行 Voigt-lines 拟合, 如图 3(b) 所示. S1 样品中峰值为  $516.77\text{ eV}$  的曲线为  $\text{V}^{+5}$ , 所占比例为  $70.01\%$ , 峰值为  $515.59\text{ eV}$  的曲线为  $\text{V}^{+4}$ , 所占比例为  $25.68\%$ , 峰值为  $514.30\text{ eV}$  的曲线为  $\text{V}^{+3}$ , 所占比例为  $4.31\%$ . 经过后续热处理后, S2 样品  $\text{V}^{+5}$  所占比例为  $24.31\%$ ,  $\text{V}^{+4}$  所占比例为  $63.34\%$ ,  $\text{V}^{+3}$  所占比例为  $12.35\%$ . 薄膜中 V 的价态被还原, 得到了以  $\text{VO}_2$  为主的混合氧化钒薄膜,  $\text{VO}_2$  含量的提升使得薄膜的相变特性得到极大的改善, 相变幅度得到了很大的提升.

### 3.4 薄膜的微观形貌

利用 AFM 和 SEM 分别对样品表面和横截面的微观形貌进行测试, 如图 4 所示. 未经热处理的金属 V 薄膜 (S0) 表面平整, 颗粒分布均匀, 尺寸非常小, 均在  $50\text{ nm}$  以下, 样品表面粗糙度仅为  $683.25\text{ pm}$ , 由于颗粒很小, 可以看出薄膜的横截面非常平整. 经过纯氧气环境下  $450^\circ\text{C}/40\text{ s}$  快速热处理后 (S1), 薄膜表面和内部发生了剧烈变化, 氧原子的进入和温度的迅速升高, 使得小颗粒相互凝结长大, 达到几百纳米, 同时颗粒间间隙较大, 表面粗糙度达到  $32.92\text{ nm}$ , 较 S0 增加了 50 多倍. S1 经过纯氮气环境下  $500^\circ\text{C}/15\text{ s}$  快速热处理后 (S2), 大颗粒之间出现了许多小颗粒, 表面粗糙度降低为  $25.54\text{ nm}$ , 说明颗粒出现再结晶现象, 给出的 XRD 图谱说明薄膜的结晶度增强.

### 3.5 薄膜的光学特性研究

对样品进行不同温度下 THz 透射特性研究, 如图 5 所示. 图 5(a) 为对样品施加一个 THz 脉冲波形后, 不同温度下透射的 THz 时域波形, 可以看出 S2 样品的 THz 透射强度随温度发生了明显的变化, 而 S1 样品变化不明显. 这是因为 S1 样品的电阻较高, 虽然升温后薄膜的电阻下降了两个数量级, 但仍在  $\text{k}\Omega/\square$  量级, 使得载流子浓度较低, 对光子的反射率低, 变化幅度小, 经过后续热处理后, 薄膜的电阻降到  $\Omega/\square$  量级, 使得载流子浓度迅速提高, THz 透射强度发生明显的变化.

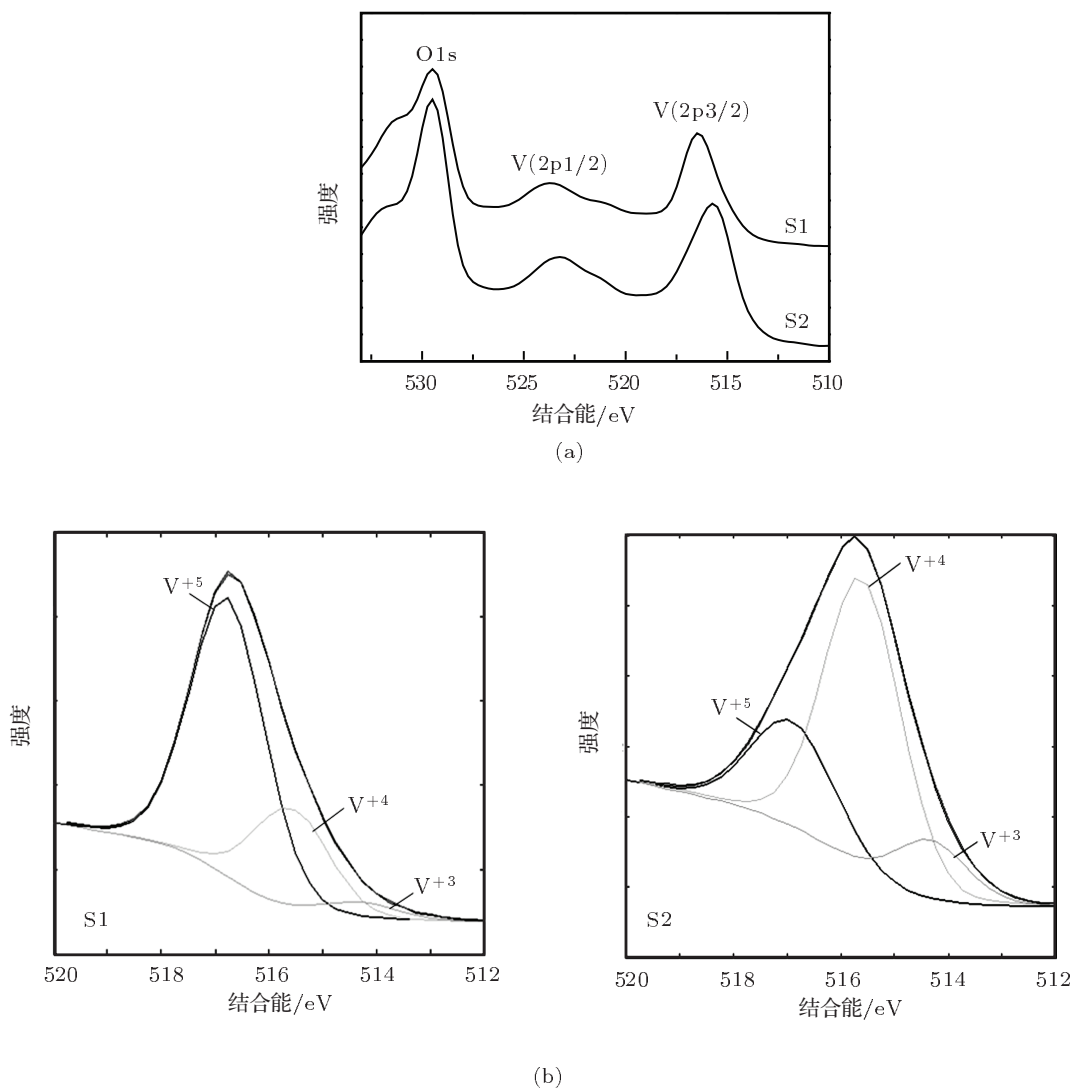


图3 样品 S1 和 S2 的 XPS 谱图及其拟合曲线 (a) 样品 S1 和 S2 的 XPS 谱图; (b) 样品 S1 和 S2 的 XPS 峰拟合曲线

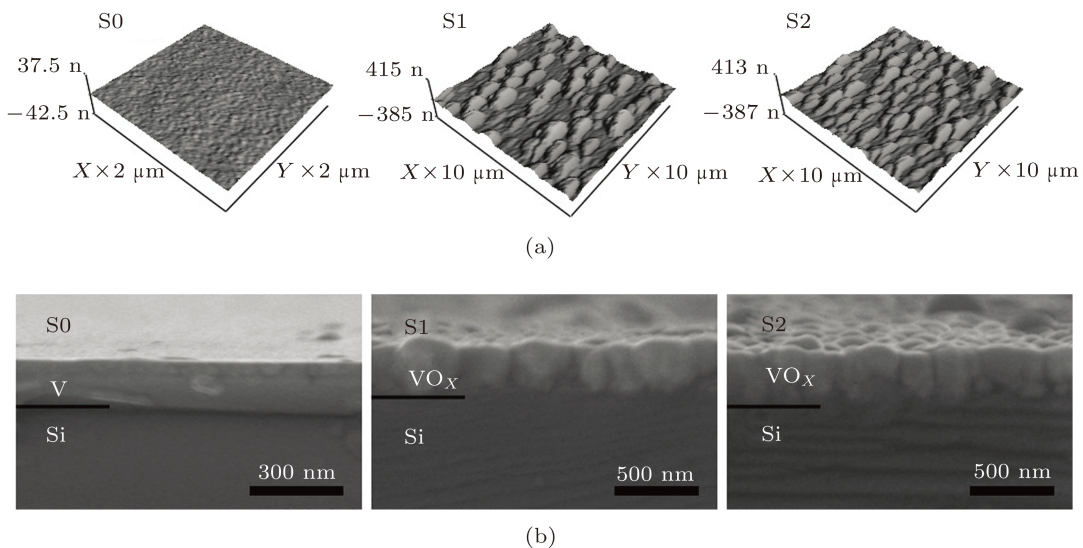


图4 样品表面和横截面微观形貌 (a) 样品表面三维 AFM 图像; (b) 样品横截面 SEM 图像

我们选取图 5(a) 中透射 THz 脉冲波形的峰谷值为参考点, 测量了 S2 样品不同温度下的数值, 升温前后 THz 的透射强度变化率达到 56.33%. 为了直观地说明透射强度随温度的变化, 我们给出了峰谷值 - 温度曲线, 如图 5(b). 从图中可以看出, 升温过程中, 在 50 °C 之前, THz 的透射强度无明显变化, 50 °C—65 °C, THz 的透射强度随着温度升高迅速下降, 65 °C 后, THz 透射强度随着温度升高缓慢下降. THz 透射强度随温度变化主要是因为 VO<sub>X</sub>

薄膜内载流子浓度随温度的变化而引起的 [12], 低温时, 薄膜内 VO<sub>2</sub> 为单斜金红石结构, 处于半导体状态, 载流子浓度低, 对光子的反射率低, 温度升高到 50 °C 后, VO<sub>X</sub> 薄膜内 VO<sub>2</sub> 半导体相颗粒逐渐减少, 金属相颗粒逐渐增多 [18], 薄膜内的载流子浓度迅速增加, 对光子的反射率也迅速的提高, THz 透过率迅速降低, 65 °C 后, VO<sub>X</sub> 薄膜内的 VO<sub>2</sub> 颗粒完全转换成金属相, 处于四方金红石结构, 载流子浓度随温度变化不大, THz 透射强度也无明显变化.

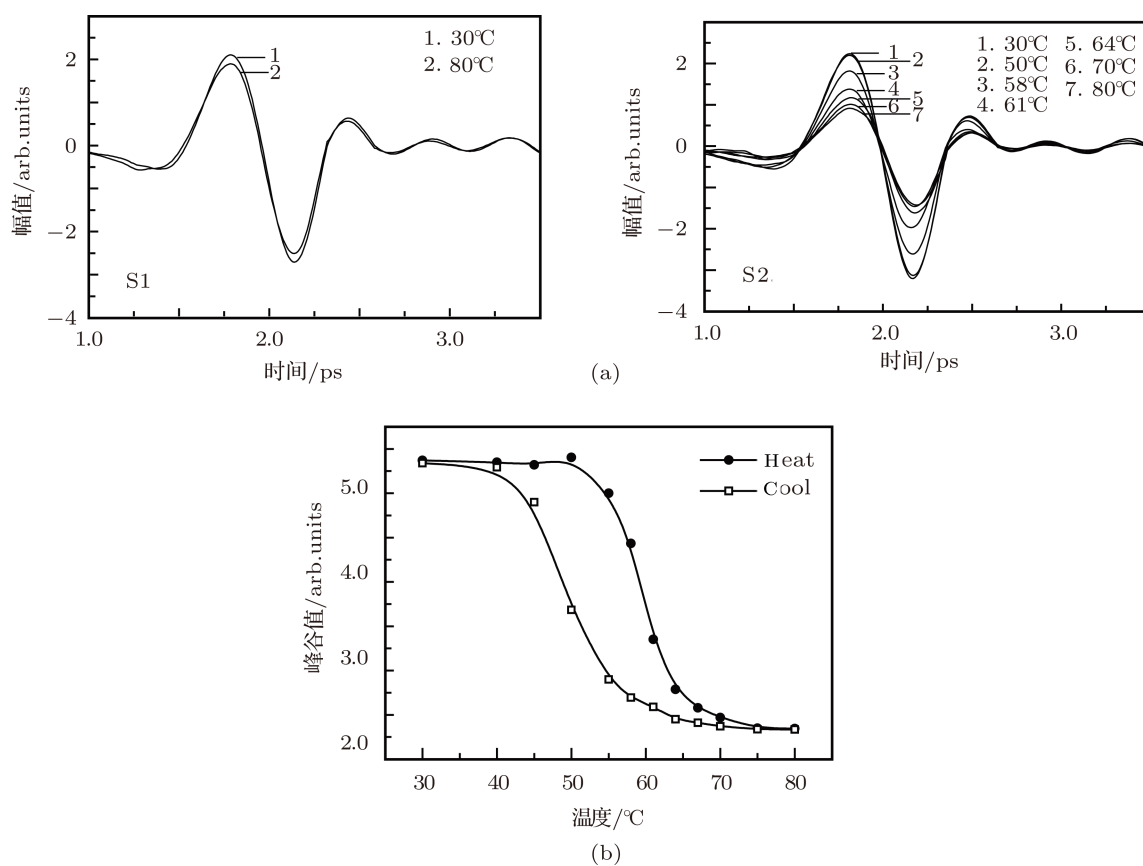


图 5 样品不同温度下的透射 THz 时域波形和峰谷值 - 温度曲线 (a) 样品 S1 和 S2 不同温度下透射 THz 时域波形; (b) 样品 S2 的透射 THz 波形峰谷值 - 温度曲线

## 4 结论

对金属 V 薄膜采用纯氧气环境下 450 °C/40 s 快速热处理后, 制备了具有相变特性的 VO<sub>X</sub> 薄膜, 相变前后电阻变化幅度达到 2 个数量级, 具有了热致相变特性, 薄膜结晶性能良好, 薄膜成分以 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

为主, 表面颗粒较大, 升温前后 THz 透射强度变化较小. 后续经过纯氮气环境下 500 °C/15 s 快速热处理后, 薄膜的电阻变化幅度达到 3 个数量级, 大颗粒间出现很多小颗粒, 薄膜结晶性能增强, V 的价态降低, 薄膜成分以 VO<sub>2</sub> 为主, 升温前后 THz 透射强度发生明显变化, 达到 56.33%.

- [1] Morin F J 1959 *Phys. Rev. Lett.* **3** 34
- [2] Song T T, He J, Lin L B, Chen J 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 6480 (in Chinese) [宋婷婷, 何捷, 林理彬, 陈军 2010 物理学报 **59** 6480]
- [3] Xu G, Jin P, Tazawa M, Yoshimura K Solar 2004 *Energy Materials & Solar Cells* **83** 29
- [4] Chen C H, Yi X J, Zhao X R, Xiong B F 2001 *Sensor and Actuators A* **90** 212
- [5] Lee J S, Ortolani M, Schade U 2007 *Appl. Phys. Lett.* **91** 133509
- [6] Tsai K Y, Wu F H, Shieh H P D, Chin T S 2006 *Materials Chemistry and Physics* **96** 331
- [7] Al-Kuhaili M F, Khawaja E E, Ingram D C, Durrani S M A 2004 *Thin Solid Films* **460** 30
- [8] Lv Y Q, Hu M, Wu M, Liu Z G 2007 *Surface & Coatings Technology* **201** 4969
- [9] Kim D H, Kwok H S 1994 *Appl. Phys. Lett.* **65** 3188
- [10] Yuan N Y, Li J H, Lin C L 2002 *Acta Phys. Sin.* **51** 852 (in Chinese) [袁宁一, 李焱华, 林成鲁 2002 物理学报 **51** 852]
- [11] Miyazaki H, Yasui I 2006 *Appl. Surface Science* **252** 8367
- [12] Liang J R, Hu M, Wang X D, Li G K, Ji A, Yang F H, Liu J, Wu N J, Chen H D 2009 *Acta Phys. Chim. Sin.* **25** 1523 (in Chinese) [梁继然, 胡明, 王晓东, 李贵柯, 季安, 杨富华, 刘剑, 吴南健, 陈弘达 2009 物理化学学报 **25** 1523]
- [13] Griffiths C H, Eastwood H K 1974 *Appl. Phys.* **45** 2201
- [14] Zhang H, Liu Y S, Liu W H, Wang B Y, Wei L 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 7255 (in Chinese) [张辉, 刘应书, 刘文海, 王宝义, 魏龙 2007 物理学报 **56** 7255]
- [15] Hou S B, Hu M, Lü Z J, Liang J R, Chen T 2012 *Chinese Journal of Lasers* **39** 0107002 (in Chinese) [后顺保, 胡明, 吕志军, 梁继然, 陈涛 2012 中国激光 **39** 0107002]
- [16] Brassard D, Fourmaux S, Jean-Jacques M, Kieffer J C, El Khakani M A 2005 *Appl. Phys. Lett.* **87** 051910
- [17] Alov N, Kutsko D, Spirovova I, Bastl Z 2006 *Surface Science* **600** 1628
- [18] Qazilbash M M, Brehm M, Chae B G, Ho P C, Andreev G O, Kim B J, Yun S J, Balatsky A V, Maple M B, Keilmann F, Kim H T, Basov D N 2007 *Science* **318** 1750

# Preparation and characteristic of phase transition vanadium oxide thin films by rapid thermal process\*

Wu Bin<sup>†</sup> Hu Ming Hou Shun-Bao Lv Zhi-Jun Gao Wang Liang Ji-Ran

(School of Electronic Information Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

(Received 16 February 2012; revised manuscript received 8 March 2012)

## Abstract

Metal-insulator phase transition VO<sub>x</sub> thin film is fabricated on a Si <100> substrate after the metal V thin film, prepared by direct current facing targets magnetron sputtering has been rapidly thermally treated first in pure oxygen environment and then in pure nitrogen environment. The thermal treatment conditions are 430 °C/40 s, 450 °C/40 s, 470 °C/40 s, 450 °C/30 s, 450 °C/50 s in pure oxygen environment and 500 °C/15 s in pure nitrogen environment. XRD, XPS, AFM and SEM are employed to analyze the crystalline structure, valentstate and the components, morphology of the thin film. The electrical and optical characteristic of the thin film are analyzed by the Four-point probe method and THz time domain spectrum technology. Results reveal that after 450 °C/40 s rapid thermal treatment in pure oxygen environment the metal V thin film turns into VO<sub>x</sub> thin film which has low properties of phase transition. Before and after heating, the change of resistivity reaches 2 orders of magnitude and the range of the THz transmission intensity shows smooth change. In order to improve the properties of phase transition, the VO<sub>x</sub> thin film is treated by 500 °C/15 s rapid thermal process in pure nitrogen environment. After that, we find that the thin film shows a good phase transition performance, accompanied by a sheet square resistance drop of above 3 orders of magnitude and a 56.33% reduction in THz transmission intensity.

**Keywords:** rapid thermal process, magnetron sputtering, vanadium oxide thin film, phase transition characteristic

**PACS:** 81.40.Gh, 81.05.Hd, 81.40.Rs, 81.40Tv

\* Project supported by the Young Scientists Fund of the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 61101055) and the Specialized Research Fund for the Doctoral Program of Higher Education of China (Grant No. 20100032120029).

<sup>†</sup> E-mail: tju\_wubin@yahoo.cn