

ИМПУЛЬСНОЕ РЕАКТИВНОЕ МАГНЕТРОННОЕ НАПЫЛЕНИЕ ТЕРМОЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ПЛЕНОК ОКСИДА ВАНАДИЯ

А.И. Занько¹⁾, Д.А. Котов²⁾, В.В. Колос¹⁾, К.Т. Логунов²⁾, Н.В. Леонович²⁾

¹⁾ОАО «ИНТЕГРАЛ» - управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ»,
ул. Казинца 121А, Минск 220108, Беларусь, zanko.andrei@inbox.ru, vvkolos@integral.by

²⁾Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,
ул. П. Бровки 6, Минск 220013, Беларусь,
kotov@bsuir.by, constantalog@yandex.by, nickxz51@gmail.com

Представлены результаты по получению термочувствительных пленок оксида ванадия (VO_x) методом импульсного реактивного магнетронного распыления мишени из ванадия для их применения в микроболометрах. Установлены зависимости удельного электрического сопротивления, температурного коэффициента электрического сопротивления (ТКС) и изменения структуры пленок от процентного содержания кислорода ($\text{K}(\text{O}_2)$) и частоты отрицательных импульсов при температуре подложки от 300 до 400 °С. Установлено, что в общем случае, удельное сопротивление оксида ванадия, ТКС и размер зерна пленок VO_x увеличиваются с увеличением частоты импульсов. Средние значения ТКС пленок VO_x находились в диапазоне от 1.2 до 2.4 %/°С при значениях удельного сопротивления 0.1-120 Ом·см. При более высоких температурах подложки как правило формируются пленки VO_x с меньшим удельным сопротивлением. Однако ТКС при этом имеет более сложный характер зависимости, но в общем виде сохраняется принцип более высоких ТКС при более высоких удельных сопротивлениях. Повышение частоты отрицательных импульсов приводит к увеличению удельного сопротивления и размера зерен в пленках VO_x .

Ключевые слова: оксид ванадия; температурный коэффициент сопротивления; термочувствительные пленки; магнетронное напыление; частота импульсов; микроболометр.

PULSED REACTIVE MAGNETRON SPUTTERING OF THERMOSENSITIVE VANADIUM OXIDE FILMS

Andrei Zanka¹⁾, Dmitriy Kotov²⁾, Vladimir Kolos¹⁾, Konstantin Logunov²⁾, Nikita Leonovich²⁾

¹⁾JSC «INTEGRAL» – «INTEGRAL» Holding Managing Company,
121A Kazintsa Str., 220108 Minsk, Belarus, zanko.andrei@inbox.ru, vvkolos@integral.by

²⁾Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics,
6 P. Brovki Str., 220013 Minsk, Belarus,
kotov@bsuit.by, constantalog@yandex.by, nickxz51@gmail.com

The results of obtaining thermosensitive vanadium oxide (VO_x) films by pulsed reactive magnetron sputtering from a vanadium target for their use in microbolometers are presented. The dependences of the electrical resistivity, the temperature coefficient of electrical resistance (TCR) and changes in the structure of films on the percentage of oxygen ($\text{K}(\text{O}_2)$) and the frequency of negative pulses at the substrate temperature from 300 to 400 °C are established. The resistivity of vanadium oxide, TCR and the grain size of VO_x films increases with increasing pulse frequency. The average values of the TCR of VO_x films were in the range from 1.2 to 2.4%/°C at resistivity values of 0.1-120 Ohms·cm. At higher temperatures of the substrate, VO_x films with lower resistivity are usually formed. At the same time, the TCR has a more complex nature of dependence, but in general the principle of higher TCR at higher resistivity remains. An increase in the frequency of negative pulses leads to an increase in the resistivity and grain size in VO_x films.

Keywords: vanadium oxide; temperature coefficient of resistance; thermosensitive films; magnetron sputtering; pulse frequency; microbolometer.

Введение

Одним из наиболее часто используемых термочувствительных материалов в неохлаждаемых микроболометрах является

оксид ванадия (VO_x) в виде тонкой пленки [1, 2]. Его активное использование обусловлено возможностью получения пленок с высоким температурным коэф-

фициентом электрического сопротивления (ТКС), около 2 %/°C и более, при относительно невысоком удельном сопротивлении 0,1 – 10 Ом·см и низкой величине уровня шума 1/f.

Однако при интеграции с кремниевой КМОП технологией для создания МЭМС устройства пленки VO_x могут подвергаться температурным воздействиям от 250 °C и более. В то время, как в наших работах [3, 4] было показано, что аморфные пленки VO_x , с необходимыми электрическими параметрами, сформированные при температуре в диапазоне 25 - 50 °C имеют невысокую термостабильность, что критически важно для болометра. Поэтому в этой работе мы исследовали электрические параметры и структуру пленок VO_x , нанесенных на нагретые до 300-400 °C подложки.

Методика эксперимента

Пленки VO_x формировались методом импульсного магнетронного распыления ванадиевой мишени в смеси газов Ar/O_2 на подложках кремния с диоксидом. Нанесение пленок VO_x проводилось при мощности распыления 300 Вт, частоте отрицательных импульсов 100-300 кГц, температуре подложки 300-400 °C и варьировании процентного содержания кислорода в смеси газов Ar/O_2 ($K(\text{O}_2)$). Удельное сопротивление пленок VO_x рассчитывалось перемножением их толщины на поверхностное сопротивление измеренное четырехзондовым методом. Определение значений ТКС проводилась аппроксимацией экспоненциальной функции полученной зависимости поверхностного сопротивления пленок VO_x от температуры.

Результаты и их обсуждение

Стоит отметить, что ТКС при 25 °C, который, как правило, чаще приводят в литературных источниках, был всегда больше усредненного ТКС в диапазоне 25-85 °C на 0,2-0,3 %. Полученные зависимости усредненных значений ТКС и ρ пленок VO_x от $K(\text{O}_2)$ при температурах под-

ложки 300 °C, 350 °C, 400 °C и частоте отрицательных импульсов 100 кГц представлены на рис. 1.

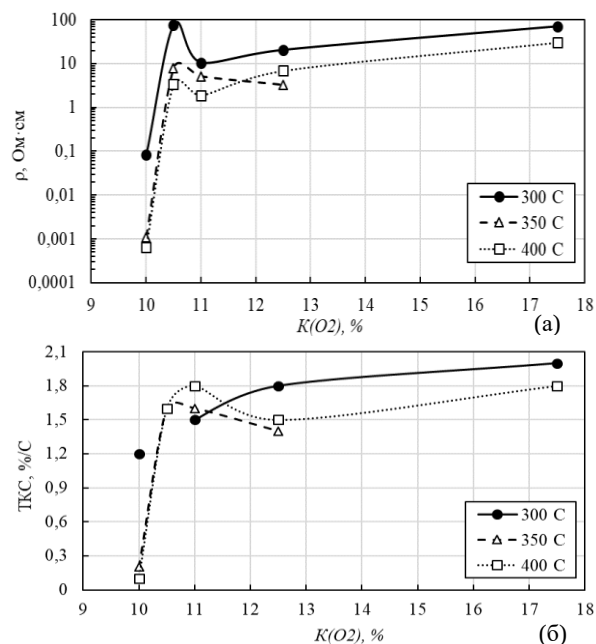


Рис. 1. Зависимость ТКС и ρ пленок VO_x от $K(\text{O}_2)$ при 100 кГц и температуре подложки 300 °C, 350 °C и 400 °C: а – удельное сопротивление (ρ); б – ТКС

Как видно из рис. 1, удельное сопротивление и ТКС имеет сложный характер зависимости от $K(\text{O}_2)$. Напыление на подложки с более высокой температурой формирует пленки с более низким удельным сопротивлением. Пленки с наиболее требуемыми удельным сопротивлением и ТКС при $K(\text{O}_2)$ 11 % и температуре подложки 400 °C.

На рис. 2 представлены РЭМ изображения морфологии поверхности пленок VO_x , нанесенных при различном $K(\text{O}_2)$ и температуре подложки при частоте импульсов 100 кГц. С увеличением $K(\text{O}_2)$ от 10 до 17,5 % и температуре подложки 300 °C наблюдается увеличение размеров кристаллитов в пленке, и они приобретают вытянутую форму. В пленках, наносимых при температуре подложки 400 °C, по мере увеличения $K(\text{O}_2)$ от 10 % до 12,5 % увеличивается размер кристаллитов и изменяется их форма с вытянутых овальных к шаровидным. При $K(\text{O}_2)$ 12,5 % и температуре подложки 400 °C пленка оксида

ванадия приобретает развитый рельеф с размером кристаллитов до 100 нм. Нужно отметить, что именно пленки, имеющие равномерную мелкокристаллическую структуру, в наибольшей степени удовлетворяют требованиям по ρ и ТКС.

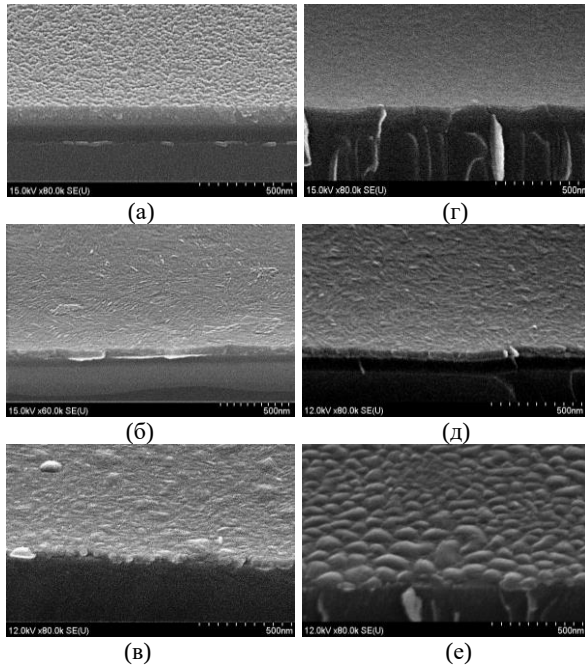


Рис. 2. РЭМ изображения пленок VO_x , нанесенных при 100 кГц, температуре подложки и содержании кислорода в смеси газов Ar/O_2 : а – 10 % 300 °С; б – 11 % 300 °С; в – 12.5 % 300 °С; г – 10 % 400 °С; д – 11 % 400 °С; е – 12.5 % 400 °С

На рис. 3 представлены результаты исследований влияния частоты отрицательных импульсов (100 - 300 кГц) при длительности положительного импульса 1 мкс и температуре подложки 300 °С на изменение ТКС и ρ получаемых пленок VO_x , из которых видно, что удельное сопротивление оксида ванадия и ТКС увеличивается с увеличением частоты импульсов при одинаковом $K(\text{O}_2)$. При повышении частоты импульсов увеличивается ток ионов, бомбардирующих растущую пленку на подложке, что приводит к повышению энергии адатомов на подложке и формированию VO_x фазового состава высших оксидов, которые имеют более высокие удельные сопротивления. При этом зависимости удельного сопротивления от $K(\text{O}_2)$ при частотах импульсов в диапазоне от 100 до 300 кГц имеет резкий

переход от низких 0,001 - 0,1 Ом·см к высоким 10 - 100 Ом·см значениям удельного сопротивления. Резкий переход происходит в узком, порядка 1 %, диапазоне изменения $K(\text{O}_2)$. Зависимость ТКС от $K(\text{O}_2)$, как можно наблюдать на рис. 3, имеет подобный характер. При частоте импульсов 100-200 кГц ТКС не превышает 2 %/°С. При частоте импульсов 300 кГц с повышением $K(\text{O}_2)$ от 6 до 8 % и наблюдается снижение как ρ , так и ТКС. Наиболее высокий ТКС равный 2.4 %/°С достигается при частоте 300 кГц и удельным сопротивлением 112.6 Ом·см.

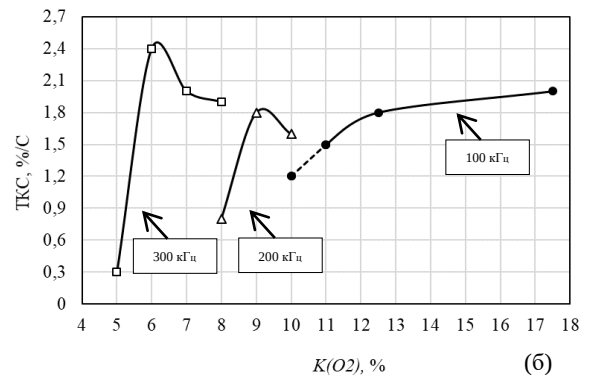
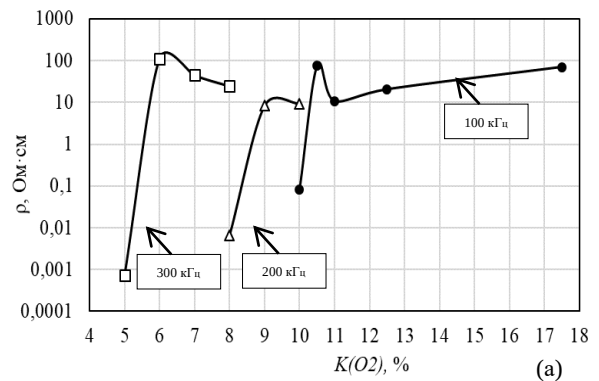


Рис. 3. Зависимость ρ и ТКС пленок VO_x нанесенных от $K(\text{O}_2)$ при температуре подложки 300 °С и частоте отрицательных импульсов 100 кГц, 200 кГц и 300 кГц: а – удельное сопротивление; б – ТКС

На рис. 4 и в таблице 1 показано изменение морфологии поверхности пленок оксида ванадия от $K(\text{O}_2)$ и частоты отрицательных импульсов 200-300 кГц при температуре подложки 300 °С. Как мы можем видеть, с повышением частоты отрицательных импульсов наблюдаются значительные изменения зависимостей

ТКС и ρ , вследствие изменения структуры получаемой пленки.

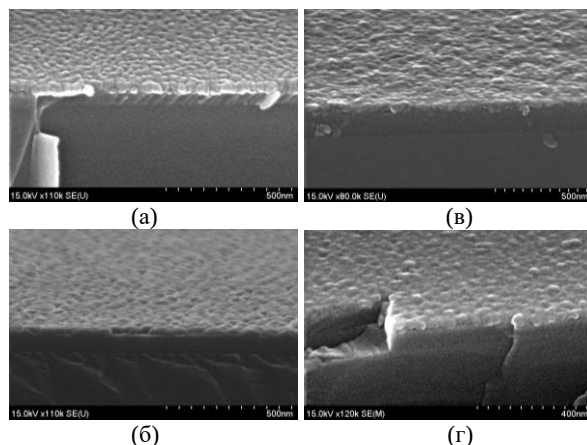


Рис. 4. РЭМ изображения пленок VO_x , нанесенных при $\text{K}(\text{O}_2)$ и частоте отрицательных импульсов: а – 9 % 200 кГц; б – 10 % 200 кГц; в – 6 % 300 кГц; г – 8 % 300 кГц

Таблица 1. Структурные и электрофизические параметры VO_x

F, кГц	$\text{K}(\text{O}_2)$, %	Размер зерен VO_x , нм	ρ , Ом·см	ТКС, %/°C
100	10	14	0.08	1.2
	11	38x10	10.5	1.5
	12,5	35x20	20.4	1.8
	18	42x17	70.2	2.0
200	8	<10	0.008	0.8
	9	35x33	8.4	1.8
	10	50x50	9.4	1.6
300	5	<10	0.0007	0.3
	6	28x25	112.6	2.4
	7	29x29	44.5	2.0
	8	35x35	24.5	1.9

При частоте импульсов 100-200 кГц с повышением $\text{K}(\text{O}_2)$ увеличивается размер зерна, удельное сопротивление и ТКС. А при частоте импульсов 300 кГц с повышением $\text{K}(\text{O}_2)$ размер зерна так же увеличивается, но удельное сопротивление и ТКС в начале возрастает и затем снижается при $\text{K}(\text{O}_2)$ 6-8 %. С повышением частоты

импульсов, при одинаковом $\text{K}(\text{O}_2)$, размер зерен в пленке увеличивается. Структура кристаллитов пленок VO_x , напыленных с частотой импульсов 200-300 кГц, имеет более округлую форму, чем при частоте импульсов 100 кГц. По-видимому, размер и форма кристаллитов пленки влияет на величину удельного сопротивления и ТКС.

Заключение

В результате проведенных исследований нами были установлены эффективные режимы получения термочувствительных пленок VO_x для использования их в микроболометрах. Наиболее подходящая комбинация удельного сопротивления 1.9 Ом·см и ТКС 1.8 %/°C, была получена при $\text{K}(\text{O}_2)$ 11 %, частоте отрицательных импульсов 100 кГц и температуре подложки 400 °C.

Библиографические ссылки

1. Niklaus F., Vieider C., Jakobsen H. MEMS-based uncooled infrared bolometer arrays: a review. *Proc. SPIE 6836, MEMS/MOEMS Technologies and Applications III, 68360D* (4 January 2008).
2. Кульчицкий Н.А., Наумов А.В., Старцев В.В. Рынок неохлаждаемых микроболометров для ИК-камер: тенденции и перспективы. *Экономика НТБ* 2019; (1): 156-164.
3. Занько А.И., Котов Д.А., Голосов Д.А., Колос В.В., Ковальчук Н.С. Влияние отжига на электрофизические свойства пленок оксида ванадия, полученных магнетронным распылением. Материалы 2-й международной научно-технической конференции «Опто-, микро- и свч-электроника - 2022». (21-23 сентября 2022 года), г. Минск: НАНБ; 2022. С.10.
4. Нгуен Т.Д., Занько А.И., Голосов Д.А., Завадский С.М., Мельников С.Н., Колос В.В. и др. Влияние отжига на структурно-фазовые и электрофизические свойства пленок оксида ванадия. *Доклады БГУИР* 2021; 19(3): 22-30.