

102學年材料工程系專題製作成果報告

題目：以離子輔助蒸鍍製備熱致變色VO₂薄膜

學生：林羿孜

指導教授：謝章興 教授

明志科技大學
MING CHI UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

簡介

本實驗利用離子輔助電子束蒸鍍設備 (IBAD) 於石英基板上製備 VO₂ 及 TiO₂/VO₂ 薄膜，分別以二氧化鈦及五氧化二釩作為蒸鍍源，鍍出 VO₂ 及 TiO₂/VO₂ 薄膜，並配合快速退火，比較退火時間及 TiO₂ 介面層對於 VO₂ 相變化及結晶方向的影響，期望藉由 TiO₂ 得到 (101) 方向之 VO₂ 熱致變色薄膜，降低其相轉溫度。

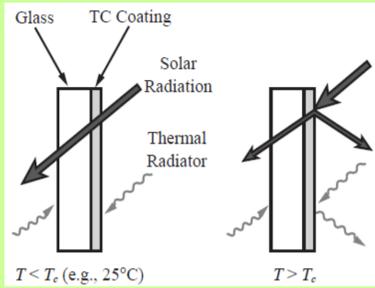


Fig.1 智慧型薄膜應用機制

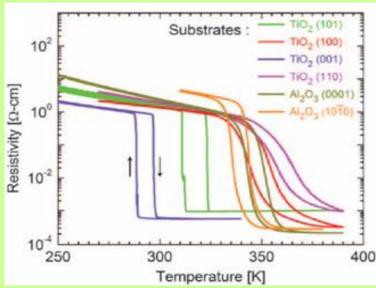


Fig.2 文獻參考之TiO₂結晶方向

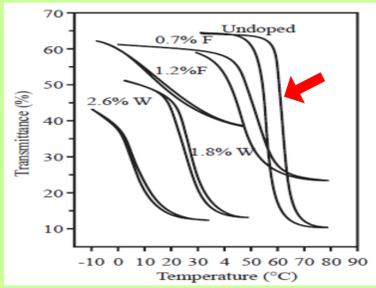
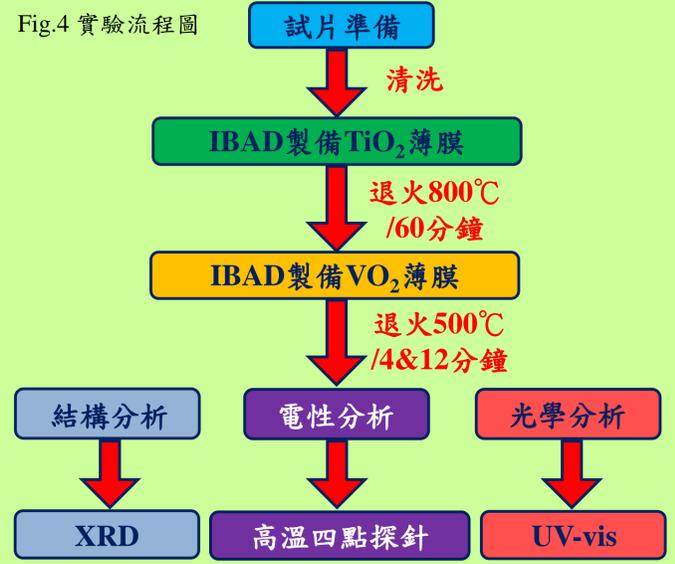


Fig.3 文獻參考之VO₂相轉換溫度

實驗步驟



實驗設計

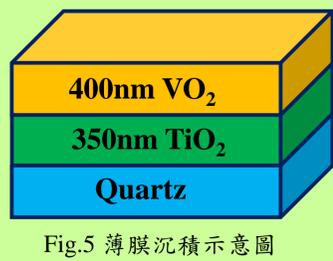


Fig.5 薄膜沉積示意圖

Table.1 實驗參數

VO ₂ Process Parameters	
TiO ₂ thickness	0 \ 350 nm
Voltage \ Current (Power)	7.5kV \ 0.27A
Deposition rate	0.9 Å/sec
Voltage (ion)	150 V
Current (ion)	0.25A、0.35A、0.5 A
Ar / O ₂ flow rate (ion)	0%、5%、10%

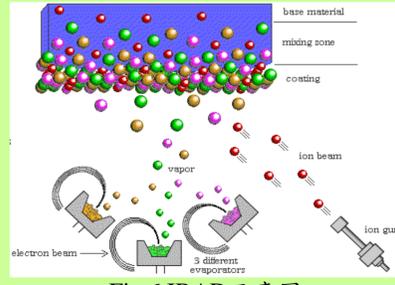


Fig.6 IBAD示意圖

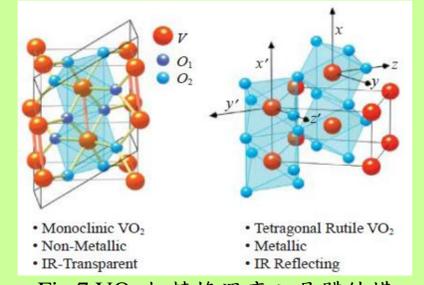


Fig.7 VO₂相轉換溫度之晶體結構

光學分析

Table.2	VO ₂ 退火4分鐘	TiO ₂ +VO ₂ 未處理	TiO ₂ +VO ₂ 退火4分鐘	TiO ₂ +VO ₂ 退火12分鐘
0.25A-5% O ₂	2.2	2.2	2.35	2.63
0.35A-5% O ₂	2.25	2.55	1.95	1.7
0.5A-5% O ₂	2.35	2.15	2.25	2.2
0.35A-10% O ₂	2.1	2.15	2.1	2.15
0.35A-0% O ₂	2.15	1.9	1.9	1.85

Table.2分別為不同退火時間及TiO₂介面層對能隙的影響，未鍍TiO₂之VO₂薄膜退火500°C-4分鐘皆無明顯改變；而Fig.8可發現鍍製TiO₂介面層之VO₂薄膜，IBAD參數0.35A-5%O₂之樣品，隨退火時間增加有明顯下降的趨勢，退火12分鐘擁有最低的能隙值1.7eV。

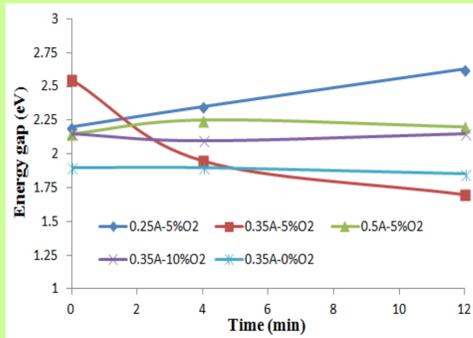


Fig.8 改變退火時間對能隙之關係

Fig.10為利用IBAD製備TiO₂薄膜並退火800°C-60分鐘之結構分析圖，由此圖可觀察出為TiO₂-Anatase相，其結晶方向主要為(111)(101)(105)。

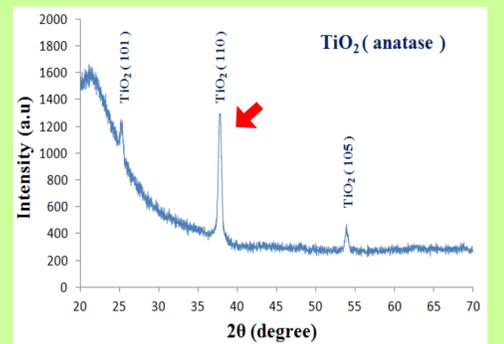


Fig.10 IBAD製備TiO₂-Anatase之XRD

電性分析

由Fig.9可觀察出未鍍製TiO₂介面層之薄膜電性亦無變化；未經退火處理之TiO₂/VO₂薄膜其電性並無任何變化；TiO₂/VO₂薄膜在退火500°C-4分鐘，IBAD參數0.35A-5%O₂在約68°C擁有明顯的相轉變現象，與Fig.3相轉換溫度之文獻值相近；而TiO₂/VO₂薄膜退火500°C-12分鐘，IBAD參數0.35A-5%O₂及0.35A-0%O₂之樣品同樣約在68°C有熱致變色現象。

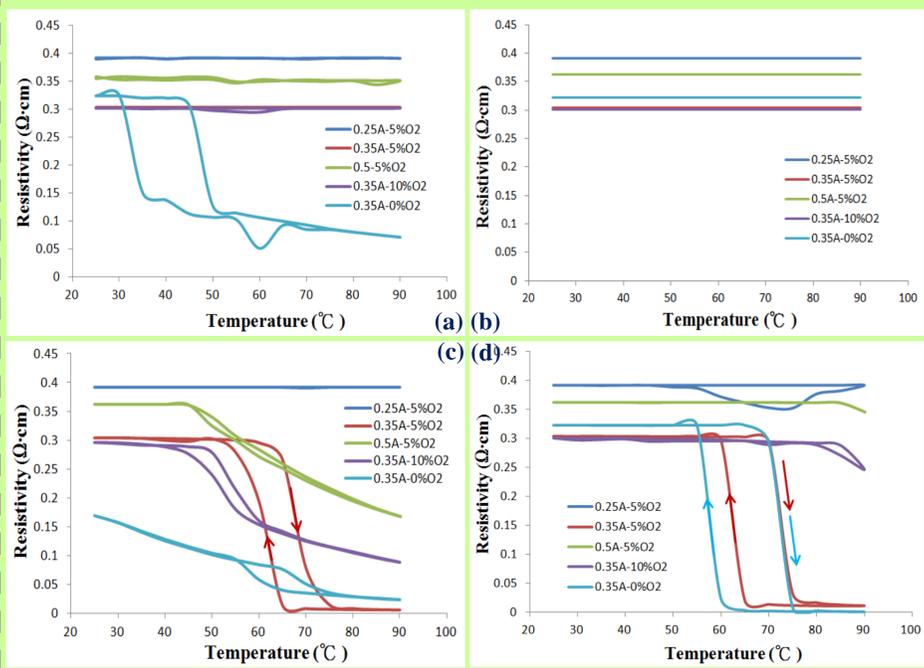


Fig.9 退火溫度時間與電阻率示意圖：(a)VO₂退火500°C-4分鐘 (b)TiO₂/VO₂未處理 (c)TiO₂/VO₂退火500°C-4分鐘 (d)TiO₂/VO₂退火500°C-12分鐘

結構分析

由Fig.11中得知未鍍製TiO₂介面層之VO₂薄膜，並無任何結晶相。而未經退火處理之TiO₂/VO₂薄膜，結晶方向為VO₂(110)(121)及V₂O₅(111)；而TiO₂/VO₂薄膜退火500°C-4分鐘，其結晶方向主要為VO₂(110)(121)、V₂O₅(111)及TiO₂(101)(012)，且擁有最佳的結晶程度；隨退火時間增長為12分鐘，其結晶方向變的不明顯，推測為再結晶造成結晶性未如預期成長；判斷鍍製介面層TiO₂-Anatase的(110)方向並配合快速退火4分鐘，有助於薄膜成長為VO₂-Monoclinic的(110)。

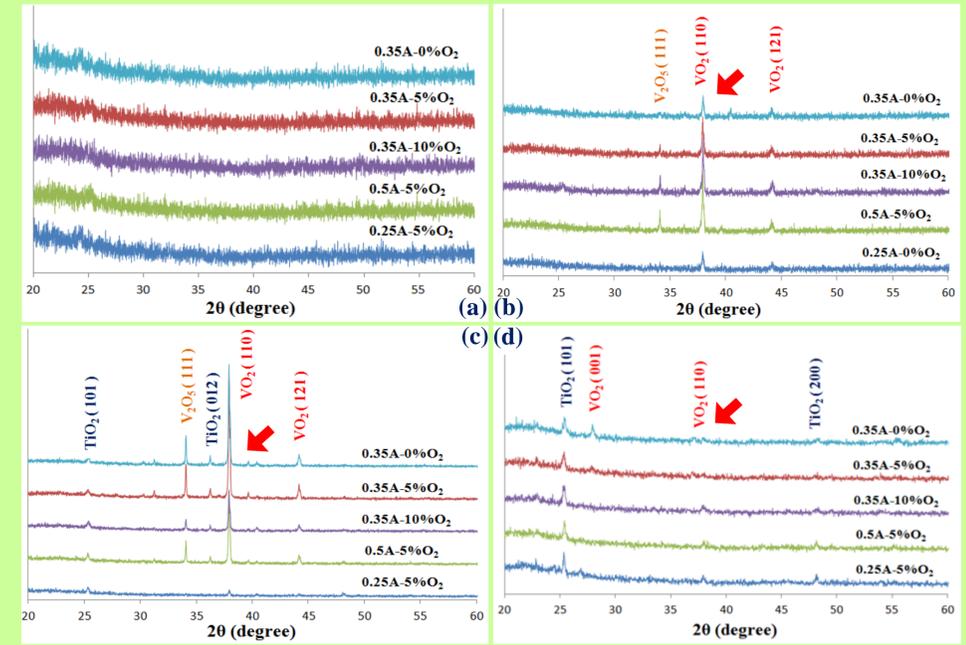


Fig.11 退火溫度時間與XRD示意圖：(a)VO₂退火500°C-4分鐘 (b)TiO₂/VO₂未處理 (c)TiO₂/VO₂退火500°C-4分鐘 (d)TiO₂/VO₂退火500°C-12分鐘

研究成果及討論

1. 退火後的TiO₂結晶方向有助於改變VO₂薄膜之(110)優選方向，未鍍TiO₂之VO₂薄膜無任何結晶相。
2. 配合溫度電阻圖可證實，IBAD參數0.35A-5%O₂及0.35A-0%O₂具有和VO₂熱致變色薄膜相近的電性趨勢。
3. IBAD參數0.35A-5%O₂及0.35A-0%O₂樣品有明顯的熱致變色趨勢，其樣品符合文獻所述VO₂-Monoclinic結構，且能隙亦接近文獻值1.81eV。

結論

誌謝：感謝劉旭禎老師、江美貞技士、陳詩婷技士、學長姐(卓宥任、黃柏欽、蘇祐台、賴逸樺、蘇子瑜、張哲愷、詹建宏、劉建甫) 明志科技大學材料工程系四技部102學年專題製作競賽