# 基于不同衬底的五氧化二钒薄膜光电特性

张圣斌 左敦稳 卢文壮 左杨平

南京航空航天大学机电学院,江苏南京 210016

摘要 利用射频磁控溅射方法,在红外石英、蓝宝石和光学单晶金刚石上制备了氧化钒薄膜,然后对其结构与厚度、 表面形貌、电学及光学性能进行了表征。实验结果表明,制备出的薄膜均为单一组分的 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜,在(001)面有明显 的择优取向,单晶金刚石衬底的薄膜结晶度和表面形貌最好;电学性能方面,金刚石衬底的薄膜相变温度最低经历 的温度范围也最小,电学突变性能最为优异;光学性能方面,蓝宝石和金刚石衬底的薄膜光关闭时间均非常短,低 于 2.5 ms,回复时间在 30 ms左右;单晶金刚石衬底的薄膜相变前后透射率比值为 10.3,表现出了非常显著的光学突 变性能。

关键词 薄膜; V₂O₃薄膜; 衬底; 单晶金刚石; 电学性能; 光学突变性能
中图分类号 TQ337+.1 文献标识码 A
doi: 10.3788/AOS201636.0431001

# Optical and Electrical Properties of Vanadium Pentoxide Films Deposited on Different Substrates

Zhang Shengbin Zuo Dunwen Lu Wenzhuang Zuo Yangping

Department of Mechanical and Electrical Engineering, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing, Jiangsu 210016, China

**Abstract** Vanadium oxide films ( $V_2O_5$ ) are deposited on the substrates of infrared quartz, sapphire and singlecrystal diamond respectively by radio freguency (RF) reactive magnetron sputtering. The structure, thickness, surface morphology, electrical and optical performances of the films are studied. The results indicate that all the deposited films are polycrystalline  $V_2O_5$  films with preferred orientation along (001) plane. The crystallization behavior and the surface topography are the best when the substrate is single-crystal diamond, the phase-transition temperature and the temperature range are the lowest simultaneously. In terms of the optical performance, the optical-shutting time of the films on sapphire and diamond is less than 2.5 ms and the recovery time is about 30 ms. The prominent optical-mutation property is presented on the single-crystal diamond, with the transmittance ratio before and after the phase transition of 10.3.

 $\label{eq:keywords} \begin{array}{l} \mbox{thin films; $V_2O_6$ films; substrate; single-crystal diamond; electrical performance; optical-mutation property} \end{array}$ 

**OCIS codes** 310.1860; 310.6860; 310.6870

1 引 言

临近空间一般是指距地面 20~100 km 的空域,处于现有飞机的最高飞行高度和卫星的最低轨道高度之间,作为一种新的作战空间,在未来的国际军事对抗中有巨大的潜力<sup>[1-2]</sup>。临近空间飞行器是指工作于临近 空间并利用临近空间独有资源和特点来执行一定任务的一类飞行器,由于其自身的显著特点,具有潜在的

收稿日期: 2015-11-03; 收到修改稿日期: 2015-11-24

**基金项目**:国家自然科学基金 (51275230)、航空科学基金 (20140152001)、江苏省研究生科研创新基金资助项目 (KYLX\_0226)

作者简介:张圣斌(1988—),男,博士研究生,主要从事连接技术、光学薄膜等方面的研究。E-mail: sweethenry@163.com

导师简介: 左敦稳(1962—),男,教授,博士生导师,主要从事切削加工、材料加工、超硬涂层与刀具等方面的研究。

E-mail: imit505@nuaa.edu.cn(通信联系人)

军、民两用价值而成为各国近期研究的热点<sup>[3]</sup>。但是红外激光武器的迅速崛起发展和投入实战,将对临近空间飞行器造成致命的威胁。V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>作为一种具有半导体 – 金属态相变的热致相变材料,相变温度为257℃,在近中、近红外波段,可由低温透射率很高的半导体态转变为高温透射率很低的金属态<sup>[4-6]</sup>,因此可以用来研制基于相变特性的薄膜来进行激光致盲防护。

V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜的制备方法有很多,具体有磁控溅射法、脉冲激光沉积、溶胶-凝胶法、真空蒸发、化学气相沉积等<sup>[7-9]</sup>,但不同的制备方法对其结构、组分和光学特性的影响很大。磁控溅射法制备具有溅射速率快,与基底附着紧密,薄膜厚度均匀,可在低温下制备更加致密的膜层等优势,因而受到了广大研究者和薄膜制造厂家的青睐<sup>[10-11]</sup>。

衬底材料的选择是磁控溅射法制备薄膜过程中的一个重要环节,衬底的透射、吸收等光学性能,晶格参数,热膨胀系数等都会影响薄膜的表面形貌和光电特性,从而对薄膜在中、近红外波段的抗激光损伤性能产生重要影响。在国内,田雪松等<sup>[12]</sup>利用磁控溅射法在硒化锌衬底上镀制了氧化钒薄膜,并对其相变前后光学性能进行了测试,相变前后的透射率变化幅度可达58%,相变响应时间小于50 ns;陈涛等<sup>[13-14]</sup>在SiO<sub>2</sub>衬底上制备了氧化钒薄膜,测试分析了其在不同氧氩比和溅射时间下的光电特性。在国外的文献中,有关衬底的研究有很多,如Wu等<sup>[15]</sup>利用真空蒸发法在石英上镀制了V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜,并对其表面形貌和电学特性进行了分析,认为不同结晶度和晶粒尺寸是导致薄膜相变温度变化的主要因素;YKHo等<sup>[16]</sup>在蓝宝石衬底上镀制了不同膜厚的V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜,研究了薄膜在不同厚度下的气致相变特性。

光学级单晶金刚石材料在硬度、中红外波段透射率、晶格参数、防辐射特性和抗激光损伤阈值方面有着 非常优良的特性<sup>[17-19]</sup>,都远远优于其他现有的红外窗口材料,因此是衬底材料的最理想选择。但由于单晶金 刚石的制备难度极高、价格比较昂贵,限制了其在红外窗口中的研究和应用<sup>[20]</sup>。

本文利用磁控溅射法分别在蓝宝石、红外石英和单晶金刚石上镀制了 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜,然后对其光电特性进行了对比分析。在溅射过程中,溅射功率及时间、衬底材料及温度、工作压强、氧氩流量比等也都会对制备出的薄膜的组织结构和光电特性产生较大的影响<sup>[68,14]</sup>,而这里只改变了溅射中衬底的材料,其他实验参量在 镀制过程中都保持一致。

## 2 氧化钒薄膜的制备

对蓝宝石、红外玻璃和光学级单晶金刚石衬底(规格为Φ30 mm×2 mm)进行严格清洗:首先用棉花蘸上清 洁剂轻轻擦洗衬底表面的灰尘和颗粒,然后将擦洗好的玻璃基片在丙酮和酒精中分别超声振荡 20 min,接着 把衬底在去离子水中超声清洗 20 min,最后把洗好的衬底烘干放置于真空腔的旋转平台夹具上,距离靶材的 距离约为50 mm。当真空室的真空度用机械泵和分子泵抽至1×10<sup>-3</sup> Pa时,把纯度为99.99%的氩气通入真空 腔中,为了除去钒靶(纯度为99.99%)表面的氧化物和其他杂质,将其在氩气中预溅射10 min,接着在真空腔 中通入纯度为99.99%的氧气,氧气和氩气的流量用两个流量控制计精确控制。为了得到较纯组分的 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄 膜,之前已经对工艺参数进行了大量的实验探索,左杨平等<sup>19</sup>就利用相同磁控溅射设备,通过正交实验的方 法制备了氧化钒薄膜,最终发现,当氧氩流量比为0.11(1.8/11.3sccm)(sccm是标况下毫升每分钟),基底温度为 400 ℃,溅射时间为35 min,溅射电压为315 V,工作压强为1Pa时可制备光电突变特性优良的 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜。在 实验中,采用了上述实验参数,制备中只改变衬底的材料来获得 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜,详细参量如表1所示。

Table 1 - analysis of or provident						
Samples	Substrate materials	Sputtering	Ar/O, ratio	Temperature /°C	Sputtering	Sputtering voltage /V
		time /min	A1/02 1atio		pressure /Pa	
S1	Infrared quartz	35	0.11	400	1	315
S2	Sapphire	35	0.11	400	1	315
S3	Single-crystal diamond	35	0.11	400	1	315

表1 实验参数 Table 1 Parameters of experiment

利用X射线衍射(XRD)仪测量了薄膜的结构特性;利用Tektak150台阶仪对薄膜进行了厚度测试;利用 NANOMAP500LS测试了薄膜的表面形貌和表面粗糙度;利用四探针法测试了薄膜的方块电阻,并绘制了温 阻特性曲线;利用红外探测器、专用夹具、示波器和光纤激光器自主研制了光学相变测试平台,并通过此平 台测试了薄膜的红外透射率和相变时间。

# 3 结果与分析

### 3.1 薄膜的结构分析

实验制备出的氧化钒薄膜的颜色为橙黄色,这与Krishna等<sup>[21]</sup>所得结果一致,为了清楚地了解所制备薄膜的化学信息,对不同衬底下的三组薄膜样品进行了XRD测试。从图1的衍射图谱中可以看出,薄膜样品有V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(001)和V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(102)两个较为明显的衍射峰,为组分很纯的多晶薄膜,不同于文献[12-15]中得到的多组分氧化钒薄膜。V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(001)峰比较尖锐,说明薄膜在(001)方向上具有明显的择优取向,即沿a,b轴平行于衬底的取向生长,分析认为这是由于V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>的晶体结构和不同位置V-O键的结合能造成的<sup>[22]</sup>。在图中还可以看出,随着溅射时间的延长,(001)的峰值强度逐渐变大,半峰全宽(FWHM)逐渐变窄,由Scherrer公式<sup>[21]</sup>可以推知,金刚石衬底的氧化钒薄膜结晶度最强、晶粒尺寸最大,蓝宝石次之,红外石英最差。分析认为这与衬底与V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>的晶格匹配程度有关:单晶金刚石的晶格与V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>晶格匹配最佳,而石英最差,这就使得沉积到光学金刚石衬底上的V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>结晶度最高。此外,图中三条衍射曲线的衍射峰均为V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>相,不存在其他相,由此可知衬底的材料不会对薄膜的结晶取向和组分造成影响,但会对结晶性能和晶粒尺寸起着重要作用。



Fig.1 XRD diagram of vanadium oxide films

#### 3.2 薄膜的厚度测试

对三组不同衬底的薄膜样品进行了厚度测试,图2为衬底为金刚石时的厚度测试曲线,从图中可以看出 薄膜的分布为:中间范围内的膜厚约为347 nm,均匀度可达95.16%。而在样品的边缘区域,由于靶材倾斜放 置及夹具挡片的遮挡,厚度迅速变薄至0 nm。另所测红外石英和蓝宝石衬底的厚度分别为352 nm和349 nm, 三组不同衬底的薄膜厚度大体相当,均在350 nm左右。



#### 3.3 薄膜的表面形貌

溅射时间的长短会对薄膜的表面质量造成影响,而表面质量尤其是表面粗糙度会直接影响着薄膜的力 学性质和光电特性,从而影响其对激光的破坏阈值,因此对薄膜的表面形貌的研究显得尤为重要。 对三组样品中心3mm范围内的5个点进行了表面形貌测试,取平均后所得三组样品表面均方根粗糙度 分别为1.62、1.36、1.30 nm。图3为所测得的不同衬底下的最具代表性区域的三维形貌,图3(a)~(c)分别对应 的衬底材料为红外石英,蓝宝石和光学金刚石。由图3可知,当衬底为红外石英时,薄膜的表面形貌略粗糙, 有很多的突起,测得的表面粗糙度值也略高;而当衬底为蓝宝石和光学金刚石时,薄膜表面都变得比较光滑 平整,表面粗糙度值也均保持在较低的水平。

当衬底为单晶金刚石时,镀制中稳定核的增长最为迅速<sup>[23-24]</sup>,薄膜就会越来越致密,缺陷也就越来越少, 从而形成的表面形貌就会更光滑,粗糙度也就更低,见图 3(c);此外,薄膜的生长存在一个局部平衡的过程, 当衬底材料为石英时,沉积在基片上的原子团不能积累充足的能量,在沉积点附近就不能够很好地扩散<sup>[18]</sup>, 这对薄膜的形核生长乃至微结构会造成很大影响,最终就形成了较为粗糙的表面形貌,见图 3(a)。



图 3 三维形貌。(a) 红外石英;(b) 蓝宝石;(c) 单晶金刚石

Fig.3 Three-dimensional morphology. (a) Infrared quartz; (b) sapphire; (c) single-crystal diamond

#### 3.4 薄膜的电学性能

用四探针法对薄膜的方块电阻进行了测试,因为单晶V₂O₅的相变温度为257℃,实验从200℃开始选点 测试,所得的三种不同衬底下的温阻特性曲线如图4所示。



图 4 温阻特性曲线。(a)温度-电阻曲线;(b)高斯拟合曲线

Fig.4 Temperature-resistance characteristic curves. (a) Temperature-resistance curves; (b) Gauss-fitting curves

由图 4(a)可以看出,在温度范围为 200℃~330 ℃时,三组样品的电阻值均随温度升高而下降,电阻温度系数为负,V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜完成了由半导体相向金属相的转变。由于衬底材料和表面形貌的不同,样品的方块电阻 也表现出了不同的变化特性。为了得到氧化钒薄膜的相变温度,对三组样品的温阻曲线进行了求导,经高 斯拟合后的曲线如图 4(b)所示,从图中可以得出溅射时间三组不同衬底的相变温度。相变温度(*T*<sub>c</sub>)、相变持 续温度范围(Δ*T*)以及相变前后电阻的变化率[lgΔ*R*(200 ℃/300 ℃)]是衡量电学性能好坏的关键参数,其数值 均在表 2 中列出。

Table 2 Films' electrical performance on different substrates							
Samples	Substrate material	Sputtering	$T_{\rm c}$ /°C	$\Delta T$ /(transition	Surface roughness /nm	$\mathrm{lg}\Delta R$	
		time /min		width) /°C		(200 °C/320 °C)	
S1	Infrared quartz	35	277	60	1.62	2.86	
S2	Sapphire	35	261	50	1.36	3.09	
<b>S</b> 3	Single-crystal diamond	35	259	40	1.30	3.17	

表2 不同衬底下的薄膜的电学性能
------------------

从图 4(a)中可以看出,三组不同衬底下的氧化钒薄膜电阻都在 250 ℃左右发生突变,从一阶导数图中可 以看出相变温度分别为 277 ℃、261 ℃和 259 ℃。当薄膜的表面形貌较为粗糙时,薄膜有着很高的阻值并且 突变性能较差;而当薄膜的表面形貌比较好时,突变性能就非常良好,V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>在半导体相的不稳定性也会比较 高<sup>[24]</sup>,也就能拥有比较低的相变温度。因此石英衬底的 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜相变温度最高,蓝宝石和单晶金刚石的相变 温度相对较低。

相变温度*T*。是一阶导数绝对值最大的点所对应的温度,在这个温度点上,薄膜材料只是发生了部分相变, 而要完成所有相变需要经历一个温度范围(突变开始到突变结束,用 $\Delta T$ 表示),这个范围直接决定着相变速度 快慢:相变经历的温度范围 $\Delta T$ 越小,说明激发转变过程就越同步,薄膜的相变速度也就越快。Xiaochun Wu 等<sup>[15]</sup>曾在石英上镀制了含有少量 VO<sub>2</sub>的 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜,然后对其电学性能进行了测试,发现当膜厚约为 350 nm 时, 相变温度范围 $\Delta T$ 约为 100 °C。金刚石衬底所得的 $\Delta T$ 最短,约为 40 °C;蓝宝石次之,为 50 °C;红外石英最低,为 60 °C,但都大大低于 Wu 所得的数据。表面形貌越好的薄膜 $\Delta T$ 就会越窄,也就能在相变速度上占有一定的 优势<sup>[15]</sup>,而对于薄膜的相变速度,将在薄膜的光学性能中进行测试研究。

从表2中还可以看出,单晶金刚石衬底的lgΔR(200 ℃/320 ℃)最高,为3.17;石英最低,为2.86。这也与表面形貌有着直接关系:当粗糙度越低时,氧缺位的数目会越来越少,由氧缺位引起的载流子的减少会对氧化钒的温阻特性产生影响<sup>[13]</sup>,电学突变性能变得越来越优异,曲线也就越陡峭。

#### 3.5 薄膜的光学性能

氧化钒薄膜相变前后的透射率及其开关时间是其在防护应用中的一个重要参量,为了能精确测量氧化 钒薄膜的光学特性,课题组也自主搭制了一个测试系统,所采用的设备有红外光电探测器、1024 nm 光纤激 光器、示波器、测试夹具及平台,其中探测器的响应速度在10 ns以下,整个平台的测试精度可达纳秒级。现 场测试如图5所示。



图 5 现场测试图 Fig.5 Field test

图 6 为蓝宝石和光学单晶金刚石衬底的薄膜(S2 和 S3)的开关速度测试结果,由图可得,当脉冲激光照射 氧化钒薄膜,薄膜发生相变,由半导体相转变为金属相,由探测器探测到的激光能量迅速减小,经探测器转 化输出的电压信号降低,此时示波器上的波形出现一个陡峭的下降沿。由激发开始至分压降到最低处所用 时间即为薄膜的关闭时间。之后,脉冲激光调到较小功率密度(10.2 W/mm<sup>2</sup>),薄膜透射率开始缓慢回复,则



0431001-5

#### 光学学报

示波器波形为一个逐渐升高的回复过程,这一阶段为回复时间。在下一脉冲激发到来时,薄膜重复上述过程。薄膜的开关变化的特征可由示波器波形反映出来。不同衬底的 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜的光学响应特性见表 3,从表 3 中可以看出,两组薄膜的光学关闭时间都极短,均低于 2.5 ms,而回复时间相对较长,但也都在 35 ms以下。单晶金刚石衬底的光学关闭时间为 1.5 ms,回复时间约为 30 ms,均快于蓝宝石衬底的 2.4 ms和 35 ms。而且从薄膜相变/恢复后透射率的变化幅度上看,单晶金刚石的变化幅度为 61%,明显高于蓝宝石衬底的 53%,由此可知光学金刚石衬底的光开关特性更为优越。

			1 1		
Samples	Materials	Intensity /(W/mm <sup>2</sup> )	Phase change time /ms	Recovery time /ms	Phase-change/recovery
					transmittance
S2	Sapphire	40.8	2.4	35	17%/70
S3	Diamond	40.8	1.5	30	14%/75
S3	Diamond	10.2			75.7 (no phase change)
S3	Diamond	30.6	1.6	34	11.4%/76
S3	Diamond	76.4	1.4		8% (no recovery)

表 3 薄膜的光学突变特性 Table 3 Films' optical mutation performance

在低温条件下,V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜在红外波段有着很高的透射率,而在高温条件下,V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>会由半导体态转变为金属态,透射率会有大幅度的降低。为了得到V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜相变前后的透射率,采用了4种不同的激光功率密度, 对金刚石衬底上的薄膜进行了光学响应测试,测试曲线如图7所示。





从图中可以看出,当功率密度为10.2 W/mm<sup>2</sup>时,探测器检测到的无膜的激光强度达到了0.07,而当镀制 了氧化钒薄膜以后,检测到的激光强度减小到0.053,从而可以计算出350 nm 薄膜的透射率约为75.7%;当功 率密度为30.6 W/mm<sup>2</sup>时,薄膜发生了相变反应,关闭时间大约为1.7 ms,相变后的透射率为14.2%,相变前后 的变化幅度可达60%以上,均高于文献[4,14]中分别得到的52%和58%,表现出十分优异的光学性能;当激光 功率调为10.2 W/mm<sup>2</sup>时,薄膜发生回复,回复时间大约为34 ms;当功率密度继续增加至76.4 W/mm<sup>2</sup>时,薄膜 并没有出现回复,测试结束后试样上出现激光烧伤后的黑斑,由此可以得知此功率密度已经超出了薄膜的 抗激光损伤阈值。不同功率下的薄膜开关时间也在表3中给出,由表3可知,所有薄膜试样的关闭时间为 1.4~2.4 ms,回复时间为30~35 ms,在光开关速度上均已满足抗激光致盲防护的要求<sup>[9,12]</sup>。

薄膜在相变前后透射率或者反射率的比值(D<sub>T</sub>=T<sub>max</sub>/T<sub>min</sub>和D<sub>t</sub>=R<sub>max</sub>/R<sub>min</sub>)是衡量其光学开关特性的重要指标<sup>[20]</sup>,氧化钒薄膜中、近红外波段下的D<sub>T</sub>值也直接决定了其在临近空间飞行器上的应用程度。目前国内外所报道的氧化钒薄膜在中、近红外波段的D<sub>T</sub>值一般在1~5之间,除了国外JLaooalainen所测试得到的130,鲜有文章报道氧化钒薄膜的D<sub>T</sub>值大于5<sup>[25]</sup>。而在金刚石衬底上的V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜所测得的D<sub>T</sub>值可达10.3,表现出了非常显著的光学开关特性。

4 结 论

1)利用射频反应磁控溅射,在单晶金刚石、蓝宝石和红外石英衬底上沉积了V2Os薄膜,制备出的薄膜为

多晶 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜,在(001)面有明显的择优取向。在单晶金刚石上镀制的 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜结晶度最好,蓝宝石次之,红 外石英最差。

2)利用四探针法对三组不同试样进行了电学性能测试,对其相变温度和相变经历温度范围进行了讨论研究,单晶金刚石衬底的薄膜在电学特性上表现出了非常优异的性能。

3) 通过自主搭制的光学测试系统,对蓝宝石和光学单晶金刚石进行了光学性能测试,两组试样的光关闭时间均低于 2.5 ms,光回复时间在 30 ms 左右。单晶金刚石衬底的薄膜的 D<sub>r</sub>值为 10.3,在光学突变特性上也表现出了十分显著的性能。

参考文献

1 Yin Zhizhong, Li Qiang. Analysis of near space vehicle and its military application[J]. Journal of the Academy of Equipment Command & Technology, 2006, 17(5): 64-68.

尹志忠,李 强.临近空间飞行器及其军事应用分析[J].装备指挥技术学院学报,2006,17(5):64-68.

2 Li Yiyong, Li Zhi, Shen Huairong. Analysis on development and application of near space vehicle[J]. Journal of the Academy of Equipment Command & Technology, 2008, 19(2): 61-65.

李怡勇,李 智,沈怀荣.临近空间飞行器发展与应用分析[J].装备指挥技术学院学报,2008,19(2):61-65.

- 3 Office of the secretary of defense. Unmanned aircraft systems roadmap, 2005–2030[M]. Ford Rucker: Office of the Secretary of Defense, 2005: 32–36.
- 4 Xu Min, He Deyan. Microstructural features, electrical and optical properties of pulsed-sputter deposited V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films[J]. Acta Optica Sinica, 2004, 24(6): 743-746.

许 旻, 贺德衍. 脉冲溅射 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜结构和性能研究[J]. 光学学报, 2004, 24(6): 743-746.

5 Zhang Lichao, Gao Jinsong. Developments of DUV coating technologies in CIOMP[J]. Optics and Precision Engineering, 2012, 20(11): 2395-2401.

张立超,高劲松.长春光机所深紫外光学薄膜技术研究进展[J].光学精密工程,2012,20(11):2395-2401.

6 Tong Maosong, Dai Guorui, Gao Dingsan, *et al.*. Electronic properties and uses of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films[J]. Material Review, 2000, 14(10): 36-38.

童茂松,戴国瑞,高鼎三,等. V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜的电学性质及其应用[J]. 材料导报, 2000, 14(10): 36-38.

- 7 Benmoussa M, Outzourhit A, Bennouna A, *et a1*.. Electrochromism in sputtered V<sub>2</sub>0<sub>5</sub> thin films: structural and optical studies[J]. Thin Solid Films, 2002, 405(1-2): 11-16.
- 8 Wu Guangming, Wu Yonggang, Ni Xingyuan, *et al.*. Effect of lithium-intercalation on optical absorption of vanadium pentoxide thin films [J]. Acta Optica Sinica, 1999, 19(5): 640-646.

吴广明,吴永刚,倪星元,等. 锂离子注入对 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜光吸收的影响[J]. 光学学报, 1999, 19(5): 640-646.

9 Zuo Yangping, Lu Wenzhuang, Zhang Shengbin, *et al.*. Design and fabrication of diamond /V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> films in continuous laser protection[J]. Infrared and Laser Engineering, 2015, 44(8): 2491-2495.

左杨平, 卢文壮, 张圣斌, 等. 面向激光防护应用的金刚石/V20, 膜系设计与制备[J]. 红外与激光工程, 2015, 44(8): 2491-2495.

10 Liu Chengyou, Ning Dan, B P Zhang, *et al.*. Study on nonlinear-optical properties of ZnO thin films[J]. Optics and Precision Engineering, 2005, 13(3): 265-271.

刘成有, 宁 丹, B P Zhang, 等. ZnO 薄膜非线性光学特性的实验研究[J]. 光学 精密工程, 2005, 13(3): 265-271.

- 11 Marcelo S B de Castro, Carlos L Ferreira. Roberto R de Avillez. Vanadium oxide thin films produced by magnetron sputtering from a V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> target at room temperature[J]. Infrared Physics & Technology, 2013, 60: 103-107.
- 12 Tian Xuesong. Study on anti-laser-damage vanadium oxide thin films's preparation and optical phase transition character[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2008: 68-74.

田雪松.用于抗激光致盲的氧化钒薄膜制备及光学相变特性研究[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学,2008:68-74.

13 Chen Tao. Study on fabrication and optical property of VO<sub>x</sub> thin films with phase transition characteristic[D]. Tianjin: Tianjin University, 2011: 41-44.

陈 涛.具有相变特性的氧化钒薄膜制备与光学特性研究[D].天津:天津大学,2011:41-44.

14 Wang Yao, Wu Zhiming, Luo Zhenfei, et al.. Effects of sputtering time on the optical properties of vanadium oxide thin films[J]. Chinese Journal of Electron Devices, 2011, 34(6): 629–632. 王 尧, 吴志明, 罗振飞, 等. 溅射时间对氧化钒薄膜光学特性的影响[J]. 电子器件, 2011, 34(6): 629-632.

- 15 Wu Xiaochun, Lai Fachun, Lin Limei, *et al.*. Influence of thermal cycling on structural, optical and electrical properties of vanadium oxide thin films[J]. Applied Surface Science, 2008, 255(5): 2840-2844.
- 16 Y K Ho, C C Chang, D H Wei, *et al.*. Characterization of gasochromic vanadium oxides films by X-ray absorption spectroscopy[J]. Thin Solid Films, 2013, 544: 461-465.
- 17 V Y Zerov, Y V Kulikov, V N Leonov, *et al.*. Features of the operation of a bolometer based on a vanadium dioxide film in a temperature interval that includes a phase transition[J]. Journal of Optical Technology, 1999, 66(5): 387-390.
- 18 Valmalette J C, Gavarri J R. High efficiency thermochromic VO<sub>2</sub>(R) resulting from the irreversible transformation of VO<sub>2</sub> (B)[J]. Materials Science and Engineering B, 1998, 54 (3): 168–173.
- 19 Ramana C V, Smith R J, Hussain O M, *et al.*. Surface analysis of pulsed laser-deposited V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films and their lithium intercalated products studied by Raman spectroscopy[J]. Surface and Interface Analysis, 2005, 37(4): 406-411.
- 20 Ottaviano L, Pennisi A, Simone F, et al.. R F sputtered electrochromic V2O5 films[J]. Optical Materials, 2004, 27(2): 307-313.
- 21 M G Krishna, A K Bhattacharya. Effect of thickness on the optical absorption edge of sputtered vanadium oxide films[J]. Material Science & Engineering B, 1997, 49(2): 166-171.
- 22 Liu Fengju, Yu Zhiming, Chen Shuang, et al.. Vanadium oxide thin films prepared by reactive magnetron sputtering[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2008, 37(12): 2221-2225.

刘凤举, 余志明, 陈 爽, 等. 反应磁控溅射法制备氧化钒薄膜[J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(12): 2221-2225.

23 Li Zhilin. Material physics[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2013: 51-54.

李志林.材料物理[M].北京:化学工业出版社,2013:51-54.

24 Zhang Shengbin, Zuo Dunwen, Lu Wenzhuang, *et al.*. Optical and electrical properties of vanadium pentoxide films prepared by RF reactive magnetron sputtering[J]. Optics and Precision Engineering, 2015, 23(9): 2438–2445.

张圣斌, 左敦稳, 卢文壮, 等. 磁控溅射法制备的五氧化二钒薄膜光电特性[J]. 光学 精密工程, 2015, 23(9): 2438-2445.

25 T Ben-Messaoud, G Landy, J P Gaiepy, et al.. High contrast optical switching in vanadium dioxide thin films[J]. Optics Communications, 2008, 281(24): 6024-6027.

栏目编辑:张浩佳