

## Трансформация параметров фазового перехода полупроводник–металл при кристаллизации аморфных пленок диоксида ванадия

© В.А. Климов, И.О. Тимофеева, С.Д. Ханин, Е.Б. Шадрин<sup>¶</sup>, А.В. Ильинский\*, Ф. Сильва-Андрате\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

\* Автономный университет г. Пуэбла,  
Мексика

(Получена 22 июля 2002 г. Принята к печати 4 октября 2002 г.)

Исследованы петли температурного гистерезиса отражательной способности и емкости аморфных и поликристаллических пленок диоксида ванадия при фазовом переходе полупроводник–металл (ФППМ). С помощью атомно-силового микроскопа изучена морфология этих пленок. Установлено, что небольшое число (2–3) термоциклирования аморфной пленки приводит к исчезновению проявлений фазового перехода, что связывается с диффузией кислорода из кластеров, состоящих из  $\text{VO}_2$ , в примыкающие к ним кластеры, состоящие из низших окислов ряда Магнели. Показано, что отжиг аморфной пленки диоксида ванадия в атмосфере кислорода приводит к доокислению низших окислов до  $\text{VO}_2$ , поликристаллизации пленки и восстановлению проявлений ФППМ. По результатам этих исследований, а также по данным, полученным на атомно-силовом микроскопе, сделан вывод о высоком оптическом качестве поликристаллических пленок диоксида ванадия, полученных из аморфных пленок методом термостратификации, и установлена их пригодность для использования в окиснованадиевых интерферометрах и оптических ограничителях.

Актуальность исследований физических свойств диоксида ванадия определяется богатыми возможностями прикладного использования этого материала и, в частности, сконструированных на его основе тонкопленочных интерферометров Фабри–Перо [1].

Кристаллический диоксид ванадия ( $\text{VO}_2$ ) представляет собой вещество с фазовым переходом первого рода с критической температурой  $T_c \approx 67^\circ\text{C}$  ( $T_c$  — температура равновесия полупроводниковой и металлической фаз) [1,2]. Однако благодаря наличию размерных эффектов переход в металлическую фазу совершается при температуре, превышающей  $T_c$  на некоторую величину  $\Delta T$ , зависящую от размера кристалла, в котором происходит фазовый переход [3]. Эта зависимость обусловлена весомым вкладом в энергетику фазового перехода энергии поверхностного натяжения наружной границы кристаллита, зависящей от кривизны его поверхности, которая в свою очередь непосредственно связана с размером и формой кристаллита. В объемных монокристаллах  $\text{VO}_2$  эта величина составляет  $1\text{--}2^\circ\text{C}$ , тогда как в зернистых поликристаллических пленках она может достигать  $20\text{--}30^\circ\text{C}$ . Обратный фазовый переход совершается при температуре  $T_c - \Delta T$ . Таким образом, имеет место термический гистерезис физических свойств материала с шириной петли  $2\Delta T$  и большим разнообразием форм петель [4].

Практически все применения диоксида ванадия связаны с использованием его тонких пленок. Так, в качестве среды для записи голограмм используется тонкопленочный окиснованадиевый интерферометр Фабри–Перо, который представляет собой структуру, состоящую из подложки с последовательно нанесенными на нее алю-

миниевым зеркалом и однородной по толщине пленкой диоксида ванадия. В простейшей конструкции роль второго зеркала играет наружная поверхность пленки  $\text{VO}_2$ . Отражательная способность такого интерферометра скачком изменяется в той точке его поверхности, на которую воздействует тепловой импульс, индуцирующий температурный фазовый переход. Запоминание конфигурации теплового поля осуществляется благодаря наличию термического гистерезиса.

Из сказанного следует, что для практических приложений является актуальной задача получения кристаллических пленок диоксида ванадия возможно большей площади и одновременно высокой однородности оптических характеристик, причем как по толщине, так и по рабочему полю. Решению этой задачи посвящено значительное количество работ [5–7]. Данная работа также посвящена поиску одного из решений этой задачи, а именно, исследованию оптических и электрических свойств аморфных пленок диоксида ванадия, полученных методом анодного окисления пленки металлического ванадия, а также исследованию поликристаллических пленок диоксида ванадия, полученных из аморфных пленок путем их последующей термостратификации [8].

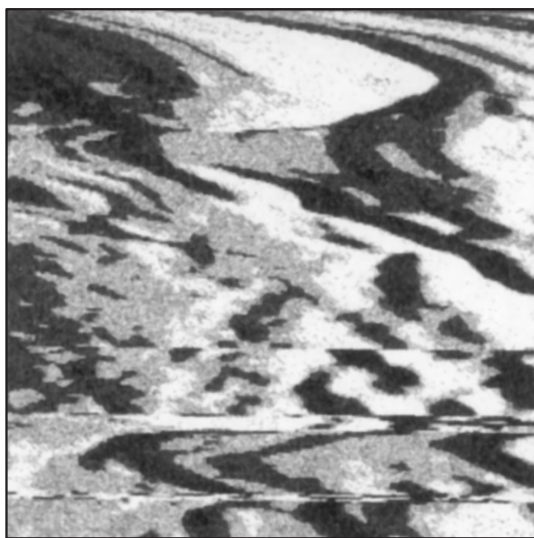
Процесс термостратификации состоял, согласно [8], в отжиге на воздухе аморфной пленки  $\text{VO}_2$  при температуре  $450^\circ\text{C}$  в течение 2 мин, в результате чего образовывались поликристаллические пленки  $\text{VO}_2$ . В качестве исходного материала, подвергнувшегося анодному окислению, использовались: а) ванадиевая фольга толщиной  $0.15\text{ мм}$ ; б) тонкие (около  $500\text{ \AA}$ ) пленки металлического ванадия, осажденные резистивным методом на слабо проводящую германиевую подложку. В первом случае образцы фольги подвергались предварительной

<sup>¶</sup> E-mail: shadr.solid@mail.ioffe.ru

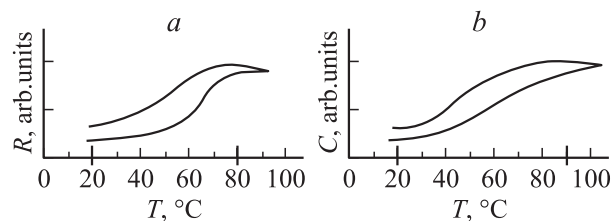
электрохимической полировке в 40%-м растворе серной кислоты в этаноле при плотности тока  $0.5 \text{ А/см}^2$ . В качестве электролита при анодном оксидировании использовалась уксусная кислота  $\text{CH}_3\text{COOH}$  с добавлением водного раствора буры  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10 \text{ H}_2\text{O}$ . Анодирование осуществлялось в вольтстатическом режиме [8]. Применявшийся нами на данном этапе синтеза метод электрохимического оксидирования металлического ванадия [8] имеет то преимущество, что позволяет без использования высоковакуумной техники получать однородные пленки аморфного  $\text{VO}_2$  большой площади. Однако, как будет показано далее, эти пленки оказались неустойчивыми к термоциклированию, для устранения чего требовалось использование процедуры их отжига в кислородной атмосфере. На обоих этапах нами с помощью атомно-силового микроскопа контролировалась морфология пленок. Также контролировались их электрические и оптические параметры, что осуществлялось путем исследования петель термического гистерезиса физических свойств в области точки фазового перехода.

Измерения температурной зависимости отражательной способности полученных образцов проводились на нескольких фиксированных длинах волн в диапазоне  $0.6\text{--}1.7 \text{ мкм}$  в температурном интервале от  $23$  до  $90^\circ\text{C}$  с помощью стандартной спектрофотометрической установки, созданной на базе монохроматора МДР-2. Измерения электрического сопротивления образцов диоксида ванадия выполнялись на постоянном токе, а полного импеданса – на частоте  $3 \text{ МГц}$ .

На рис. 1 представлено изображение поверхности аморфной пленки  $\text{VO}_2$ , полученное с помощью атомно-силового микроскопа. Эта пленка синтезирована методом анодного оксидирования пленки металлического ванадия, предварительно нанесенной на германиевую подложку. При сравнении представленного здесь изображения и изображениями поликристаллических



**Рис. 1.** Изображение аморфной пленки диоксида ванадия, полученной электрохимическим оксидированием.



**Рис. 2.** Петли гистерезиса пленки аморфного диоксида ванадия: *a* — отражательной способности, *b* — емкости образца, измеренной на частоте  $3 \text{ МГц}$ .

пленок диоксида ванадия в работе [9] бросается в глаза отсутствие зернистой структуры, характерной для поликристаллических пленок, несмотря на то что пленка металлического ванадия такую структуру имеет. Атомно-силовое изображение исследованного участка аморфной пленки  $\text{VO}_2$  демонстрирует бесструктурное образование, поверхность которого повторяет профиль подложки. Толщина полученной пленки составляет  $1100 \pm 20 \text{ \AA}$  и остается практически постоянной по всей поверхности пленки.

На рис. 2 представлены петли гистерезиса отражательной способности (*a*) на  $1.3 \text{ мкм}$  и емкости (*b*) аморфной пленки, зарегистрированные в области  $67^\circ\text{C}$ . Петли являются незамкнутыми, асимметричными, имеют ширину около  $20^\circ\text{C}$ , а их ветви занимают температурный диапазон порядка  $80^\circ\text{C}$ .

Отсутствие выраженной зернистой структуры у аморфной пленки  $\text{VO}_2$  не позволяет при анализе формы петель гистерезиса непосредственно воспользоваться концепцией, согласно которой каждое зерно-кристаллит пленки обладает одной присущей ему элементарной петлей термического гистерезиса, причем элементарные петли отдельных кристаллитов пленки „вертикальны“ по температуре, т. е. при достижении температуры перехода зародыш новой фазы прорастает со скоростью звука сквозь все зерно, находившееся перед этим в предыдущей фазе [1,9]. В то же время не вызывает сомнения, что изменение отражательной способности пленки аморфного  $\text{VO}_2$  при нагреве ее вблизи температуры фазового перехода полупроводник–металл связано с появлением металлической фазы в толще полупроводника. Поэтому естественно предположение о существовании в аморфной пленке каких-то областей  $\text{VO}_2$ , являющихся аналогом зерен, которые ограничивают рост зародышей новой фазы и определяют, согласно упругим свойствам границ этих областей, ширину элементарных петель [3]. На роль таких областей могут претендовать либо области сохранения ближнего порядка аморфного материала, имеющие поперечник в несколько постоянных решетки ( $20\text{--}50 \text{ \AA}$ ), либо случайная сетка областей-кластеров с поперечником в несколько сотен постоянных решетки, стехиометрия которых соответствует различным окислам ряда Магнели [1], и отличающихся между собой содержанием кислорода. Скорее всего, этими кластера-

ми являются зерна исходной пленки металлического ванадия, подвергшиеся аморфизации в процессе анодного окисления.

По нашему мнению, области сохранения ближнего порядка аморфной пленки, имеющие поперечник в несколько постоянных решеток, вряд ли играют роль таких областей, поскольку зарегистрированная на опыте ширина главной петли ( $20^\circ\text{C}$ ) относительно невелика для пленок  $\text{VO}_2$ . Действительно, главная петля гистерезиса, слагающаяся из элементарных петель, присущих областям с поперечником  $20\text{--}50\text{ \AA}$ , должна была бы иметь ширину порядка  $100\text{--}200^\circ\text{C}$ , так как ширина элементарной петли гистерезиса обратно пропорциональна квадратному корню из поперечника области ограниченного роста зародыша [10]. На опыте, как было сказано, мы этого не наблюдаем.

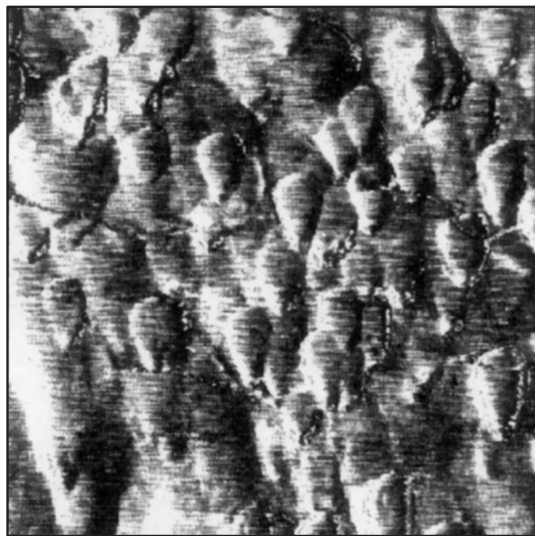
Таким образом, более вероятно предположить, что главную роль играет возникающая при синтезе случайная сетка областей-кластеров  $\text{VO}_2$  с поперечником несколько сотен (а не десятков) постоянных решеток. Эти области  $\text{VO}_2$  находятся в окружении областей, стехиометрия которых соответствует другим, отличным от  $\text{VO}_2$  по стехиометрии и температурам фазовых переходов, окислам ряда Магнели, существование которых обусловлено поливалентностью атома V [5]. Данная концепция выглядит естественной, так как синтез окисной пленки путем окисления исходной металлической пленки в растворе электролита в условиях протекания тока приводит к разбросу по площади пленки напряженностей электрических полей и плотностей тока в процессе окисления, т. е. к разбросу локальной степени окисления ванадия, так как поперечники зерен исходной пленки металлического ванадия имеют гауссово распределение. Подтверждением тому является сильная зависимость наблюдаемых свойств синтезированной анодным окислением аморфной пленки  $\text{VO}_2$  от метода получения слоя исходного металлического ванадия [8].

В рамках предложенной концепции можно оценить, согласно [9], размеры кластеров  $\text{VO}_2$  и степень их дефектности. Действительно, невысокая (для пленок) ширина петли гистерезиса ( $20^\circ\text{C}$ ) говорит о значительных размерах областей  $\text{VO}_2$  (оценка согласно [9] дает  $60\text{--}100\text{ нм}$ ), в которых совершается фазовый переход. В то же время сравнительно большая температурная протяженность ветвей петли (около  $80^\circ\text{C}$ ) говорит о сильном разбросе по шкале температур положений элементарных петель, слагающих главную петлю в аморфном  $\text{VO}_2$ . Это в свою очередь говорит о большом разбросе концентраций свободных носителей заряда (электронов) в областях, соответствующих элементарным петлям гистерезиса, так как от этих концентраций сильно зависит температурное положение элементарных петель. Разброс концентраций электронов в  $\text{VO}_2$  в свою очередь обусловлен разбросом концентрации дефектов, играющих роль доноров электронов [11]. Этот разброс может быть оценен на основании данных [12,13], где приведено значение сдвига  $T_c$ , приходящееся на  $1\text{ ат}\%$

дефектов донорного типа в решетке  $\text{VO}_2$ . Оценки приводят к величине разброса порядка  $6\text{ ат}\%$  при протяженности ветвей главной петли  $80^\circ\text{C}$ . Приведенная оценка степени дефектности кластеров аморфной пленки, несмотря на большое значение, представляется разумной, так как энергии связи атомов кислорода в соединениях, соответствующих соседним членам ряда Магнели, отличаются мало [5]. Поэтому даже небольшие колебания условий синтеза приводят к значительной дефектности структуры каждого данного члена ряда Магнели внутри его области гомогенности, а также к одновременному синтезу нескольких соседних членов этого ряда.

Предложенная концепция, основанная на важной роли сетки кластеров  $\text{VO}_2$ , окруженных областями из низших окислов ванадия, подтверждается таким свойством аморфной пленки, как ее быстрое „старение“. Оно состоит в сильном уменьшении скачка физических параметров материала при фазовом переходе после каждого цикла „нагрев–охлаждение“, причем — вплоть до полного исчезновения проявлений фазового перехода при  $67^\circ\text{C}$  после нескольких циклов. Так, для пленки, петля гистерезиса которой представлена на рис. 2, оказалось возможным выполнение лишь двух термоциклов „нагрев–охлаждение“, позволивших зарегистрировать оптическую (рис. 2, *a*) и электрическую (рис. 2, *b*) петли гистерезиса. При этом уменьшение скачка параметров при фазовом переходе после первого термоцикла компенсировалось высокой чувствительностью метода импедансометрии. Укажем сразу, что незамкнутость петель гистерезиса говорит о развитии процессов старения уже в пределах одного термоцикла „нагрев–охлаждение“, начинающихся непосредственно по достижении температуры  $90^\circ$ . Выражается это в увеличении доли металлической фазы в толще пленки непосредственно в процессе регистрации петли гистерезиса, что приводит к необратимому увеличению при  $20^\circ\text{C}$  коэффициента отражения и емкости пленки, порождающему незамкнутость петли (рис. 2).

В рамках предлагаемой концепции наблюдаемое изменение формы петли гистерезиса после каждого термоциклирования обусловлено тем, что при температурах, превышающих температуру фазового перехода, из кластеров  $\text{VO}_2$  происходит диффузия кислорода, инициированная нагревом (до  $90^\circ\text{C}$ ), с последующим захватом этого кислорода низшими окислами ряда Магнели, окружающими кластеры  $\text{VO}_2$ . Такой процесс приводит к химическому восстановлению диоксида ванадия до более низких окислов ванадия, уменьшая в пленке относительное содержание  $\text{VO}_2$ . Повышенная (по сравнению с поликристаллическими пленками) скорость диффузии кислорода в аморфных пленках при  $90^\circ\text{C}$  (верхняя температурная граница главной петли гистерезиса) связана с наличием в аморфной пленке большого количества ненасыщенных валентных связей, характерных для аморфного состояния [8]. Конечным результатом диффузии кислорода при термоциклировании является



**Рис. 3.** Изображение поликристаллической пленки диоксида ванадия, полученной в результате высокотемпературного отжига аморфной пленки  $\text{VO}_2$  в кислородосодержащей атмосфере при  $450^\circ\text{C}$  в течение 2 мин.

образование аморфной пленки, вообще не содержащей диоксида ванадия и целиком состоящей из низших окислов ванадия, которые обладают фазовыми переходами при значительно более низких температурах, чем диоксид ванадия, и потому находящихся при температуре  $20^\circ\text{C}$  в металлическом состоянии [1]. Это и приводит к незамкнутости петли гистерезиса уже на первом термоцикле и исчезновению проявлений фазового перехода при  $67^\circ\text{C}$  после нескольких термоциклов. При нагреве до  $90^\circ\text{C}$  процесс исчезновения областей  $\text{VO}_2$  вследствие выравнивания концентрации кислорода по объему пленки за счет диффузии является достаточно интенсивным. Коэффициенты химической диффузии кислорода через границу раздела двух соседних с  $\text{VO}_2$  членов ряда Магнели при температурах 20 и  $90^\circ\text{C}$ , оцененные согласно [14], близки для кристаллического состояния к значениям  $2 \cdot 10^{-6}$  и  $10^{-5} \text{ м}^2/\text{с}$  соответственно. В аморфной пленке эти величины должны быть по крайней мере на порядок выше. Кроме того, оценки, выполненные на основании экспериментальных значений окисляющих токов, времен анодного окисления и размеров образца, показывают, что среднее содержание кислорода в синтезированной аморфной пленке в 5–7 раз ниже, чем это необходимо для стехиометричного состава  $\text{VO}_2$ .

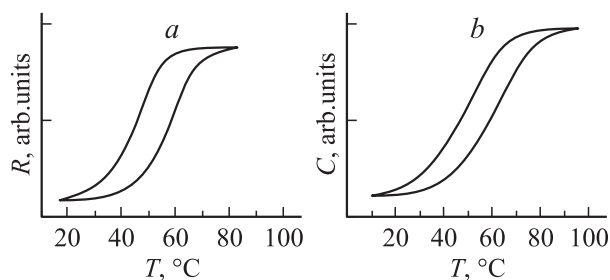
Предположение о важной роли диффузии кислорода, сопровождающейся выравниванием его концентрации и исчезновением кластеров, заполненных диоксидом ванадия, естественным образом приводит к необходимости доокисления аморфных пленок с целью восстановления экспериментальных проявлений фазового перехода полупроводник–металл при  $67^\circ\text{C}$ . С этой целью аморфные пленочные образцы отжигались нами при температуре  $450^\circ\text{C}$  в кислородосодержащей атмосфере (при

атмосферном давлении в течение 2 мин), что приводило к „доокислению“ областей низших окислов ванадия до  $\text{VO}_2$ .

На рис. 3 представлено изображение такой „доокисленной“ пленки, полученное с помощью атомно-силового микроскопа, которое показывает, что на второй стадии синтеза, помимо доокисления, происходит также и кристаллизация исходной аморфной пленки: отчетливо наблюдаются ориентированные друг по отношению к другу кристаллические зерна диоксида ванадия треугольной формы со средним размером в поперечнике 250–300 нм. Разброс размеров зерен не слишком велик: полуширина гистограммы их распределения по размерам составляет 70 нм. Отметим, что аморфная пленка  $\text{VO}_2$ , будучи термодинамически неустойчивой, может начинать кристаллизоваться уже при  $90^\circ\text{C}$  [8].

Высокотемпературный отжиг позволяет наряду с восстановлением проявлений фазового перехода при  $67^\circ\text{C}$  достичь характерного для поликристаллической пленки диоксида ванадия большого скачка физических параметров (3 порядка по емкости) с сохранением присущей аморфной пленке значительной температурной протяженности ветвей петли (рис. 4). Отметим, что продолжительность отжига „состаренных“ термоциклированием оксидных аморфных пленок, необходимая для достижения параметров фазового перехода, характерных для поликристаллического диоксида ванадия, в 5–10 раз меньше времени, требуемого для синтеза поликристаллической пленки  $\text{VO}_2$  посредством прямого термического окисления исходной пленки металлического ванадия в той же атмосфере и в том же температурном режиме. Установленная разница времен отжига служит дополнительным указанием на то, что внутри аморфной пленки  $\text{VO}_2$  при ее электролитическом окислении формируются низшие окислы ванадия.

На рис. 4 при его сравнении с рис. 2 ясно видна трансформация параметров фазового перехода полупроводник–металл, возникающая в результате кристаллизации аморфной пленки диоксида ванадия. Действительно, петли гистерезиса после отжига сужаются, становятся практически симметричными, но сохраняют присущую



**Рис. 4.** Петли гистерезиса поликристаллической пленки диоксида ванадия, полученной в результате высокотемпературного отжига аморфной пленки  $\text{VO}_2$  в кислородосодержащей атмосфере при  $450^\circ\text{C}$  в течение 2 мин: *a* — отражательной способности, *b* — емкости, измеренной на частоте 3 МГц.

аморфной пленке значительную протяженность ветвей. Следует отметить, что у отожженных на воздухе анодно-окисированных пленок диоксида ванадия ни величина скачка параметров при фазовом переходе полупроводник–металл, ни форма петель гистерезиса не зависят от числа циклов „нагрев–охлаждение“.

Сужение главной петли гистерезиса отожженного образца (с 20 до 12°C для петли отражательной способности (рис. 2, *a* и 4, *a*) и с 15 до 10°C для емкостной петли (рис. 2, *b* и 4, *b*)) связано с укрупнением в процессе термоокисления областей VO<sub>2</sub>, ограничивающих рост зародышей новой фазы, что вызывает, согласно мартенситной модели фазового перехода в VO<sub>2</sub> [3], сужение присущих этим областям элементарных петель гистерезиса и, как следствие, сужение главной петли.

Симметризация главной петли объясняется в рамках предложенной концепции следующим образом. Как известно [9], асимметрия главной петли гистерезиса фазового перехода полупроводник–металл в диоксиде ванадия связана с наличием корреляции между размерами областей, ограничивающих рост зародышей новой фазы (и определяющих ширину элементарной петли), а также нестехиометрией этих областей по кислороду, определяющих положение элементарных петель на температурной шкале. Действительно, в асимметричной главной петле слагающие ее элементарные петли, имеющие наибольшую ширину, одновременно имеют наинизшее положение на шкале температур. Это приводит к относительному уширению низкотемпературной части петли, т.е. к ее асимметрии. Если корреляция отсутствует, то петля является симметричной. Указанная корреляция возникает в процессе синтеза, так как во всех методах синтеза, будь то анодное окисление или же термическое окисление в вакуумной камере при низком (10<sup>-1</sup> мм рт. ст.) давлении кислорода, степень окисления связана с размерами окисляемого микрокристаллита, поскольку равновесное давление кислорода над VO<sub>2</sub> сильно зависит от размера кристаллита [9]. В то же время при доокислении на воздухе при атмосферном давлении условия окисления столь далеки от равновесных, что степень окисления практически не зависит от размеров кристаллита. Это уничтожает указанную выше корреляцию, так что распределения зерен пленки по ширинам элементарных петель и температурам равновесия фаз становятся независимыми, что и приводит к симметризации главной петли гистерезиса.

Сохранение большой протяженности ветвей главной петли после отжига связано с сохранением высокой степени разброса дефектности зерен поликристаллической пленки, несмотря на незначительный разброс зерен по размерам (рис. 3), что сохраняет значительную ширину распределения элементарных петель по положению на шкале температур.

Работа выполнена при поддержке CONACYT и гранта МНТЦ № 1454.

## Список литературы

- [1] А.А. Бугаев, Б.П. Захарченя, Ф.А. Чудновский. *Фазовый переход металл–полупроводник и его применение* (Л., Наука, 1979) с. 183.
- [2] Н.Ф. Мотт. *Переходы металл–изолятор* (М., Наука, 1979) с. 342.
- [3] И.А. Хахаев, Ф.А. Чудновский, Е.Б. Шадрин. *ФТТ*, **36** (6), 1643 (1994).
- [4] Е.Б. Шадрин. Автореф. докт. дис. (СПб, 1997).
- [5] W. Bruckner, H. Opperman, W. Reichelt, E.I. Terukov, F.A. Tschudnovskii, E. Wolf. *Vanadiumdioxide* (Akademie-Verlag, Berlin, 1983) p. 252.
- [6] В.Ю. Зеров, Ю.В. Куликов, В.Н. Леонов. *Оптический журнал*, **66** (5), 8 (1999).
- [7] V.P. Belousov, I.M. Belousova, O.B. Danilov. *SPIE Proc.*, **3263**, 124 (1998).
- [8] Г.Б. Стефанович. Автореф. докт. дис. (Петрозаводск, 1998).
- [9] В.А. Климов, И.О. Тимофеева, С.Д. Ханин, Е.Б. Шадрин, А.В. Ильинский, Ф. Сильва-Андрате. *ЖТФ*, **72** (9), 67 (2002).
- [10] А.Л. Ройтбурд. *УФН*, **113**, 69 (1974).
- [11] A. Leone, A. Trione, F. Junga. *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, **37**, 1739 (1990).
- [12] T. Horlin, T. Niklevsky, M. Nygren. *M.-Mater. Res. Bull.*, **8**, 179 (1973).
- [13] P. Wuz, A. Miyashita, S. Yamamoto. *J. Appl. Phys.*, **86**, 5311 (1999).
- [14] Н.А. Колобов, М.М. Самохвалов. *Диффузия и окисление полупроводников* (М., Металлургия, 1975).

Редактор Т.А. Полянская

## Transformation of parameters of the semiconductor–metal phase transition throughout crystallization of amorphous films of vanadium dioxide

V.A. Klimov, I.O. Timofeeva, S.D. Khanin, E.B. Shadrin, A.V. Ilinski\*, F. Silva-Andrade\*

loffe Physicotechnical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia  
\* Autonomical University of Puebla,  
Mexico

**Abstract** The hysteresis loops of reflectivity and conductivity of amorphous vanadium dioxide films in the range of semiconductor–metal phase transition are studied. With the help of an atomic-force microscope the morphology of these films is investigated. It is established that the small number (2–3) of thermocycles results in suppressing the phase transition due to possible diffusion of oxygen from VO<sub>2</sub>-clusters in adjacent clusters consisting of the lowest oxides of a Magneli-series. It is established that the annealing of an amorphous film in oxygen results in a crystallization of a film and the recovery of semiconductor–metal phase transition. Results of these studies as well as the AFM-data, permit to draw a conclusion about high optical quality of polycrystalline vanadium dioxide films obtained by annealing amorphous VO<sub>2</sub>-films, and indicate that they can be used for applications in interferometers and optical limiters.