

**БОДНАРЧУК ЯДВИГА ВИКТОРОВНА**

**Особенности формирования сегнетоэлектрических доменов в условиях  
пространственно неоднородных полей атомно-силового микроскопа и  
электронного облучения**

Специальность 01.04.07 - физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание учёной степени кандидата  
физико-математических наук

Москва 2016

Работа выполнена в лаборатории кристаллооптики Института кристаллографии им. А.В.Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Научный руководитель: Волк Татьяна Рафаиловна, доктор физико-математических наук, профессор, заведующая лабораторией кристаллооптики ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Официальные оппоненты:

Шандаров Владимир Михайлович, доктор физико-математических наук, профессор, кафедра сверхвысокочастотной и квантовой радиотехники, Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.

Анкудинов Александр Витальевич, доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физико-химических свойств полупроводников, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тверской Государственный Университет».

Защита состоится «\_\_\_» 2016 г. в \_\_\_\_ ч \_\_\_\_ мин. на заседании диссертационного совета Д 002.114.01 при ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН по адресу 119333, г. Москва, Ленинский пр. 59, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИК РАН, а также на сайте ИК РАН <http://crys.ras.ru>

Автореферат разослан

«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2016г.

Ученый секретарь диссертационного совета

к.ф.-м.н.

К.В. Фролов

## Общая характеристика работы

### Актуальность темы и степень ее разработанности

В настоящее время наблюдается большой интерес к созданию регулярных сегнетоэлектрических доменных структур микро- и субмикроскопического масштаба и изучению механизмов их формирования. Это связано в первую очередь с перспективами применения таких структур в оптике в качестве преобразователей частоты лазерного излучения [1]. Другой важной задачей является разработка устройств интегральной оптики на сегнетоэлектриках [2]. Преобразование частоты излучения в интегральных устройствах ставит задачу создания и исследования микродоменных структур в оптических волноводах.

Одним из интенсивно исследуемых методов создания оптических волноводов является имплантация высокоэнергетичных ионов  $\text{He}^+$  [3]; этот метод активно развивается применительно именно к сегнетоэлектрикам. Работ по созданию доменных структур в таких волноводах не имеется.

Для исследования динамики и статики доменов на нано- и микроскопическом уровне наиболее информативным является метод атомно-силовой микроскопии (АСМ), который позволяет не только исследовать, но и создавать доменные структуры, используя зонд АСМ в качестве точечного электрода, индуцирующего локальное переключение [4]. Сходным способом создания доменных структур такого масштаба является электронное облучение в растровом электронном микроскопе (РЭМ) (например, [5]).

Эффективными материалами для создания нелинейных фотонных кристаллов и подложек в волноводных элементах служат сегнетоэлектрические кристаллы  $\text{LiNbO}_3$  и его структурные аналоги [6], а также кристаллы со структурой тетрагональной вольфрамовой бронзы (ТВБ) в частности, кристаллы твердых растворов  $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$  (SBN) [7]. В пионерских работах, выполненных в Институте кристаллографии РАН [8 – 11], показано, что SBN является удобным лабораторным объектом для исследования формирования доменных структур под действием поля зонда АСМ и преобразования оптического излучения на таких структурах. Ряд вопросов, связанных с формированием 1D и 2D доменных структур в SBN, требует продолжения этих исследований. Кристаллы SBN являются также объектами интенсивного исследования влияния характерного для них внутреннего неупорядоченного поля (random field – RF) на физические свойства (ссылки в [12, 13]).

**Актуальность** темы исследования определяется актуальностью и практической важностью проблемы нелинейного преобразования излучения на доменных структурах в объемных оптических элементах и волноводных (интегральных) устройствах и перспективностью микроскопических методов (поля зонда АСМ и электронно-лучевой записи в РЭМ) для создания доменных структур с периодами вплоть до субмикронного масштаба.

Анализ литературных данных по созданию доменных структур микроскопическими методами (полем зонда АСМ и электронным лучом РЭМ) и по актуальным проблемам волноводной оптики на базе сегнетоэлектрических кристаллов позволил сформулировать следующие основные **цели** данной работы:

1. Выполнить полную (трехмерную) характеристику записи доменов и доменных структур в кристаллах SBN методами зондовой микроскопии и проанализировать специфику переключения, связанную с релаксорной природой этого материала.
2. Исследовать процессы формирования доменов и доменных структур в оптических волноводах, полученных методом имплантации ионов  $\text{He}^+$  в кристаллах SBN и  $\text{LiNbO}_3$ , и проанализировать особенности переключения, связанные с He-имплантированным структурно нарушенным слоем.

В рамках поставленных целей решались следующие **задачи**:

1. Запись доменов и 1D и 2D доменных структур на неполярных поверхностях кристаллов SBN полем зонда АСМ. Исследование экспозиционных характеристик записи и факторов, определяющих релаксацию записанных структур. Сопоставление с данными, полученными при создании доменов на полярной поверхности.
2. Исследование механизма роста доменов на неполярной поверхности и анализ особенностей, связанных с релаксорной природой SBN.
3. Запись доменов и доменных структур методом АСМ в оптических волноводах, сформированных имплантацией ионов He на кристаллах SBN. Сопоставление с результатами, полученными в тех же условиях в неимплантированных кристаллах, и анализ влияния He-имплантированного слоя на характеристики переключения.
4. Исследование методом АСМ характеристик доменов и доменных структур, записанных в He-имплантированных кристаллах  $\text{LiNbO}_3$  электронным лучом РЭМ с различными ускоряющими напряжениями  $U$ . Анализ влияния He-имплантированного слоя на процесс формирования доменов из сравнения с характеристиками электронно-лучевой записи в неимплантированном кристалле.

**Научная новизна работы:**

1. Проведено исследование процессов переключения и формирования доменов на неполярных поверхностях кристаллов SBN под действием поля зонда АСМ; запись доменов и доменных структур методом АСМ на неполярных поверхностях сегнетоэлектрика выполнена впервые. Впервые записаны и исследованы структуры встречных доменов. Предложен механизм фронтального роста доменов и выявлена специфика переключения, связанная с релаксорной природой SBN.

2. Впервые проведена запись доменов и доменных структур полем зонда АСМ в оптических волноводах, полученных имплантацией ионов  $\text{He}^+$  в кристаллах SBN. Наблюдаемая униполярность формирования доменов и особенности кинетики распада доменных структур объяснены пиннингом на структурно нарушенном слое.
3. Впервые методами зондовой микроскопии исследованы процессы формирования доменов и доменных структур под действием электронного облучения в оптических волноводах, полученных имплантацией ионов  $\text{He}^+$  в кристаллах  $\text{LiNbO}_3$ .

**Практическая значимость:** на основе АСМ исследований доменных структур, записанных электронно-лучевым методом в  $\text{He}$ -имплантированных волноводах на  $\text{LiNbO}_3$ , выработаны рекомендации по выбору ускоряющего напряжения РЭМ, обеспечивающего оптимальные характеристики записываемых доменных решеток при данной толщине волновода. **Теоретическая значимость:** проведен анализ фронтального роста планарных доменов на неполярной поверхности SBN с позиций механизма ползучести.

#### **Методология и методы исследования:**

Для записи и исследования доменных структур в сегнетоэлектрике SBN и волноводах  $\text{He-SBN}$  и  $\text{He-LiNbO}_3$  были использованы различные методики атомно-силовой микроскопии (АСМ). Для записи доменов и доменных структур были использованы методы растровой и векторной литографии АСМ; для исследования кинетики и релаксации доменных структур был использован метод пьезоэлектрического отклика (PFM). Для создания доменных структур в волноводе  $\text{He-LiNbO}_3$  была использована электронно-лучевая запись в РЭМ. Для получения ГВГ на доменных структурах был использован метод конфокальной микроскопии на отражение. Для обработки данных по доменным структурам был использован компьютерный программный пакет SPIP.

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. При приложении поля зонда АСМ к неполярной поверхности сегнетоэлектрика в точке контакта возникают домены, разрастающиеся преимущественно фронтально вдоль полярного направления. Фронтальный рост доменов на неполярной поверхности релаксорного сегнетоэлектрика SBN с хорошим приближением описывается механизмом ползучести.
2. В полидоменном (ZFC) кристалле SBN при приложении поля зонда АСМ к неполярной поверхности формируются структуры встречных доменов. Их устойчивость повышена по сравнению со структурами,

записанными в монодоменизированных (FC) кристаллах благодаря эффектам экранирования на доменной границе, нормальной Ps.

3. При создании доменов и доменных структур полем зонда АСМ в планарных оптических волноводах, сформированных имплантацией ионов  $\text{He}^+$  на кристаллах SBN, проявляются эффекты пиннинга доменов на структурно нарушенном слое, возникающем при ионной имплантации. Об этом свидетельствует резкое различие характеристик доменов, записанных полями зонда противоположных знаков, и ускоренный (по сравнению с неимплантированным кристаллом) распад записанных структур.
4. При записи доменов электронным лучом РЭМ в He-имплантированных волноводах на неполярных поверхностях кристаллов  $\text{LiNbO}_3$ , регулярные доменные решетки записываются при условии  $T_d \leq D$  (где  $T_d$  и  $D$  – глубина доменов и He-имплантированного слоя), т.е. когда процесс фронтального роста домена происходит в пределах слоя, расположенного выше области со структурой, нарушенной ионным облучением. Это позволяет выбрать величину ускоряющего напряжения  $U$ , обеспечивающего оптимальные характеристики доменных решеток для волновода данной толщины.

#### **Достоверность полученных результатов:**

Достоверность и высокое качество полученных результатов подтверждается публикациями материалов работ в рейтинговых отечественных и международных научных журналах с высоким импакт-фактором, а также докладами на российских и международных конференциях.

#### **Апробация работы:**

По материалам данной работы были представлены доклады на международных и национальных конференциях: 11th International Symposium on Ferroic Domains and Micro- to Nanoscopic Structures and the 11th Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity (ISFD-11th-RCBJSF 2012), Екатеринбург; XI Международная научно-техническая конференция «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения» (INTERMATIC – 2012), Москва; The International Conference on Coherent and Nonlinear Optics (ICONO) and the Lasers, Applications, and Technologies (LAT) conference (ICONO-LAT 2013), Москва; 13th International Meeting on Ferroelectricity (IMF 2013), Poland; Нанофизика и наноэлектроника, XVII Международный симпозиум 2013, Нижний Новгород; European Conference on Applications of Polar Dielectrics (ECAPD-2014), Литва; XX Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков (ВКС – XX, 2014), Красноярск; 13th European meeting on ferroelectricity (EMF-2015), Portugal; XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (РЭМ -

2015), Черноголовка; Второй российско-китайский семинар по физике сегнетоэлектриков и диэлектриков 2015, Воронеж.

### **Личный вклад диссертанта:**

Личный вклад диссертанта заключается в непосредственном проведении экспериментов по записи и исследованию доменов и доменной структуры методами АСМ, в том числе предварительной подготовки образцов к эксперименту (отжигу и монодоменизации под полем); обработке экспериментальных данных полученных методами АСМ в ходе эксперимента. Автор активно участвовал в обобщении полученных результатов, построении научных выводов, а также в подготовке публикаций в научных журналах и докладов на отечественных и международных конференциях.

Диссертационная работа выполнялась при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 12-02-00596-а, 13-02-12440- офи\_м, 14-02-31076-мол-а, 15-52-53107 РФФИ-ГФЕН), Программы ОФН РАН «Фундаментальные проблемы фотоники и физика новых оптических материалов» и гранта УМНИК. Использовалась аппаратура ЦКП ИК РАН при поддержке Минобрнауки (проект RFMEFI62114X0005).

### **Публикации:**

Результаты работы опубликованы в 6 статьях в отечественных и международных научных журналах, входящих в рекомендованный список ВАК Минобрнауки РФ, в том числе в 5 статьях, входящих в базу данных Scopus и WoS, а также в материалах 13 международных и национальных научных конференций.

### **Структура и объем диссертации:**

Диссертация состоит из введения, 4 глав, выводов, списка опубликованных статей, и списка цитируемой литературы из 129 наименований. Общий объем диссертации составляет 125 страниц, включая 59 рисунков и 5 таблиц.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** дана общая характеристика работы, обоснована актуальность темы, определены цели исследования и сформулированы задачи работы. Показана научная новизна и практическая значимость полученных результатов. Сформулированы выносимые на защиту основные научные положения. Дана информация об апробации работы, публикациях по теме диссертации, личном вкладе автора.

**В первой главе** дан краткий литературный обзор проблем, затрагиваемых в диссертации. В **разделе 1.1** обсуждаются современные представления о механизме сегнетоэлектрического переключения и динамики доменов. Помимо классической модели Миллера-Вайнрайха [14] рассматривается механизм ползучести (creep) [15], привлекаемый, в частности, для описания динамики доменов в неупорядоченных (релаксорных) сегнетоэлектриках. В **разделе 1.2** даны основные представления о специфике макроскопических свойств релаксорных сегнетоэлектриков и их связи с характерными для этих систем полярными нанокластерами (PNR). В **разделе 1.3** обсуждаются диэлектрические свойства кристаллов  $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$  (SBN) и их связь со структурой. Обсуждены исследования доменной структуры SBN и интерпретация наблюдаемых явлений в рамках теории случайного поля (RF) [12, 13]. В **разделе 1.4** кратко изложены принципы нелинейно-оптического преобразования частоты оптического излучения на регулярных доменных структурах. В **разделе 1.5** приведен обзор результатов по записи доменов методом АСМ в SBN, полученных в Институте кристаллографии РАН [8 – 11]. В **разделе 1.6** сформулирована постановка задач диссертации.

**Во второй главе** описана методика проведения эксперимента методами зондовой микроскопии в сегнетоэлектрических кристаллах. Обсуждены принципы записи доменов постоянным полем зонда АСМ и исследования доменов и доменных структур методом микроскопии пьезоотклика (PFM). В работе исследования основаны на измерении сигнала электромеханического отклика (ЭМО) согласно [16]

$$H_{\omega} = \left[ \frac{1}{k} \frac{dC}{dz} \left( U_{ac} + \frac{V^{\uparrow} + V^{\downarrow}}{2} \right) \mp d_{ij} \right] U_{ac} \quad (1)$$

где  $d_{ij}$  – пьезоэлектрический коэффициент, определяемый геометрией эксперимента,  $k$  – коэффициент жесткости зонда при условии, что его оба конца жестко закреплены (один в держателе, а другой контактирует с поверхностью образца);  $C$  – емкость зонд-образец,  $(V^{\uparrow} + V^{\downarrow})/2$  – среднее значение контактной разности потенциалов между зондом и поверхностью образца;  $U_{ac}$  – переменное напряжение, прикладываемое между зондом и электродом нижней поверхности. Обсуждены аксиальный ( $d_{ij} = d_{33}$ ) и латеральный ( $d_{ij} = d_{15}$ ) режимы PFM. Латеральный режим был использован для исследования доменных структур на неполярной поверхности. Описаны методы получения зависимостей размеров доменов от напряжения зонда  $U_{DC}$  и времени экспозиции  $t_p$ , способ записи протяженных структур с помощью растровой литографии, а также измерений петель пьезоэлектрического гистерезиса  $H_{\omega}$ - $U_{DC}$ .

**Глава 3** посвящена продолжению исследования записи доменов и доменных структур в поле зонда АСМ в кристаллах SBN; основной целью был анализ особенностей переключения релаксорного сегнетоэлектрика. Описаны результаты исследования создания доменов путем приложения поля зонда АСМ к неполярной поверхности кристаллов SBN. Запись

доменов на неполярной поверхности сегнетоэлектрика с применением метода АСМ выполнена в данной работе впервые [А1, А3]. Эксперименты информативны для исследования динамики доменов, поскольку позволяют прямое наблюдение доменов на неполярной поверхности неразрушающим методом PFM. В разделах 3.2 и 3.3 описаны характеристики записи одиночных доменов и обсуждается механизм фронтального роста доменов на основании полученных результатов.

На рисунке 1а показана схема АСМ эксперимента по записи доменов на неполярной поверхности для случая полидоменного и монодоменизированного кристалла. Ниже будут использованы термины, принятые для релаксорных сегнетоэлектриков – ZFC (zero-field cooled) и FC (field-cooled), соответственно. При приложении напряжения к зонду АСМ, находящемуся в контакте с неполярной поверхностью (рисунок 1а), домены, зародившиеся в точке контакта, прорастают вдоль полярной оси в приповерхностном слое под действием тангенциальной составляющей поля  $E_z(r)$ . На рисунке 1б приведены PFM изображения одиночных доменов, записанных зондом АСМ в ZFC и FC кристаллах. На вставке показано распределение поля под зондом на неполярной поверхности, полученное в работе [17]. Согласно этому распределению, в ZFC кристалле при приложении поля к неполярной поверхности возникает структура «встречного домена» (Рисунок 1а, б) («голова-к-голове» или «хвост-к-хвосту») (библ. в [14]). Возникновение таких структур непосредственно под полем или другим внешним воздействием, насколько известно, не наблюдалось.

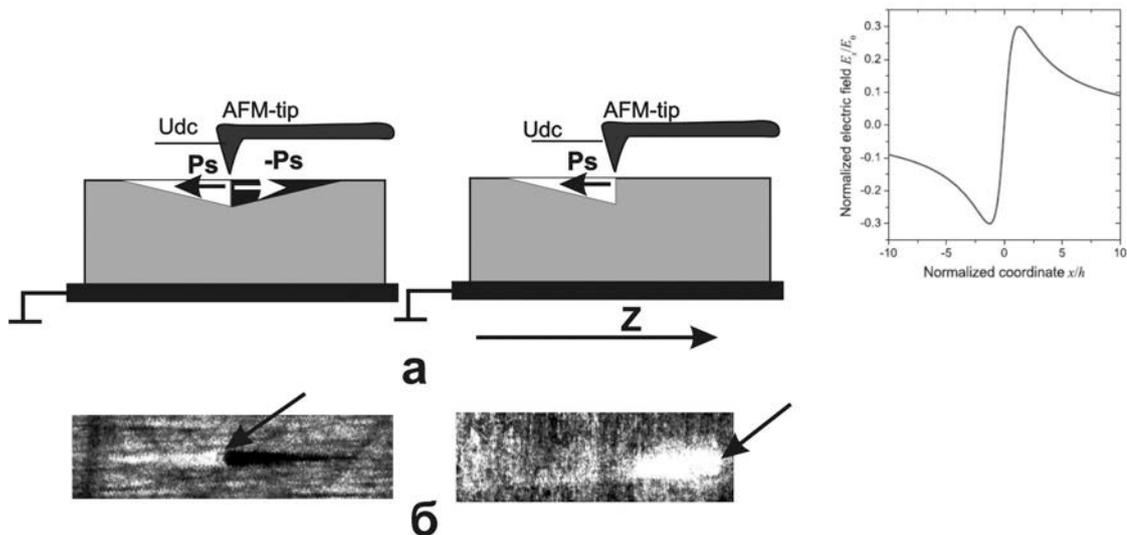


Рисунок 1. а) Схема АСМ эксперимента по записи доменов на неполярной поверхности для случая ZFC (слева) и FC (справа) на неполярной поверхности кристалла SBN; б) PFM изображения одиночных доменов, записанных зондом АСМ в ZFC и FC, соответственно. На вставке показано распределение поля под зондом на неполярной поверхности, полученное в работе [17].

Из PFM изображений измерялись зависимости размеров доменов от  $U_{DC}$  и  $t_p$ . На рисунке 2 приведены зависимости длины  $L$  и ширины  $W$  доменов от  $U_{DC}$  (при  $t_p = \text{const}$ ) на неполярной поверхности. Для сравнения была

выполнена запись доменов на полярной поверхности того же кристалла и получены зависимости диаметра доменов  $D_d(U_{DC})$ . Полевые зависимости  $W(U_{DC})$  и  $D_d(U_{DC})$  практически идентичны. Это позволяет предположить, что при идентичных условиях экспозиции глубина прорастания домена в объем при записи на полярной поверхности сопоставима с длиной домена  $L$  на неполярной поверхности, т. е. составляет несколько мкм.

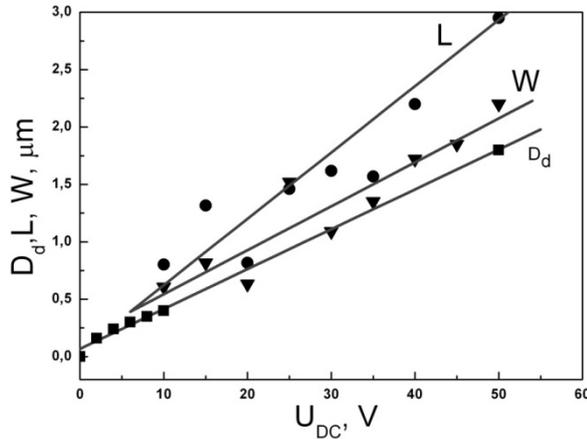


Рисунок 2. Зависимость длины  $L$  (кружки) и ширины  $W$  (треугольники) домена на неполярной поверхности от  $U_{DC}$ ; квадратами показана зависимость диаметра домена  $D_d(U_{DC})$ , записанного на полярной поверхности; сплошные линии – линейная аппроксимация.

На рисунке 3 показана зависимость длины и ширины домена от  $t_p$  (при  $U_{DC} = 50$  В) в FC кристалле. На основании этой зависимости был проанализирован механизм фронтального роста доменов [A3]. Было показано, что в данном случае ( $L > R$ , где  $R$  - радиус кантелевера) для описания распределения поля под зондом АСМ наиболее подходящим является приближение поля линейного заряда [17].

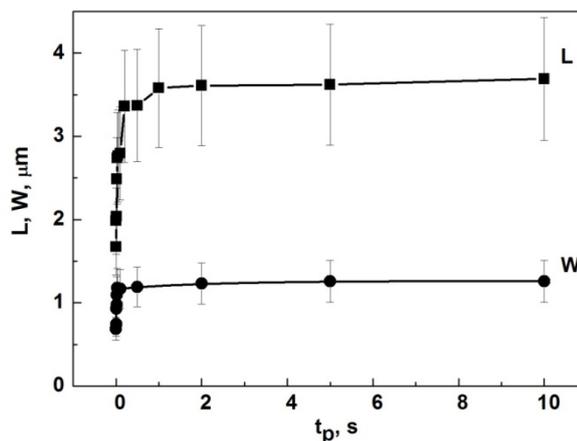


Рисунок 3. Кинетика роста одиночного домена в FC кристалле,  $U_{DC}=50$ В.

Дифференцируя выражение для потенциала, создаваемого зондом АСМ [17], получаем выражение для распределения поля под зондом вдоль полярной оси на неполярной поверхности:

$$E_z \approx \frac{V_{\text{tip}}}{\ln[2\sqrt{\epsilon_x \epsilon_z} H / (\epsilon_{\text{ext}} r_{\text{tip}})]} \left[ \frac{z}{\sqrt{(h - \kappa x)^2 + \eta^2 y^2 + z^2} \left( h - \kappa x + \sqrt{(h - \kappa x)^2 + \eta^2 y^2 + z^2} \right)} - \frac{z}{\sqrt{(H - \kappa x)^2 + \eta^2 y^2 + z^2} \left( H - \kappa x + \sqrt{(H - \kappa x)^2 + \eta^2 y^2 + z^2} \right)} \right] \quad (2)$$

где  $H$  общая высота иглы,  $h = (\epsilon_{\text{ext}}/2\sqrt{\epsilon_x \epsilon_z})r_{\text{tip}}$ ,  $\kappa = \epsilon_z/\epsilon_x$ ,  $\eta = \epsilon_z/\epsilon_y$ ,  $\epsilon_z, \epsilon_x, \epsilon_y$  – диэлектрические константы, а  $\epsilon_{\text{ext}}$  – относительная диэлектрическая проницаемость. Нормировочное распределение поля, представленное на вставке рисунка 1, построено на основании выражения (2). На рис. 4 показано распределение поля, рассчитанное для  $U_{\text{DC}} = 50$  В по формуле (2). Из экспериментальной зависимости кинетики роста домена  $L(t_p)$  (рисунок 3), следуя методу Миллера-Вайнрайха была рассчитана зависимость средней скорости фронтального роста  $\vartheta_L = \frac{\delta L}{\delta t_p}$  от расстояния от точки контакта.

Используя распределение поля рисунка 4, получаем зависимость скорости роста от обратного поля  $\vartheta(1/E)$  (рисунок 5). Эта зависимость в FC кристалле (показана квадратами) с удовлетворительным приближением аппроксимируется линейной функцией.

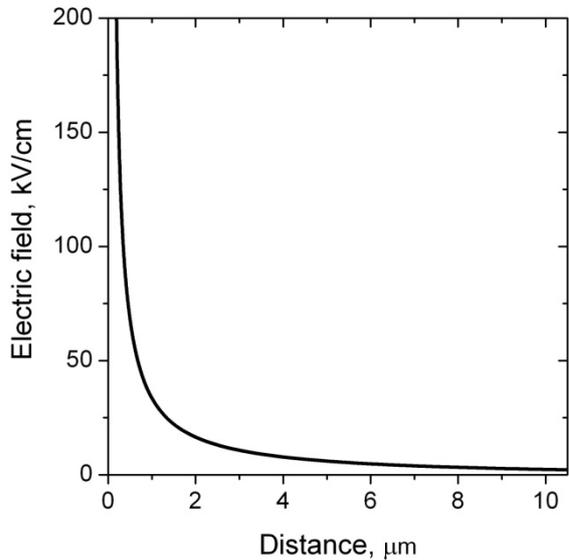


Рисунок 4. Зависимость электрического поля  $E_z$  от расстояния от зонда АСМ, рассчитанная из уравнения (2) для  $U_{\text{DC}}=50$ В.

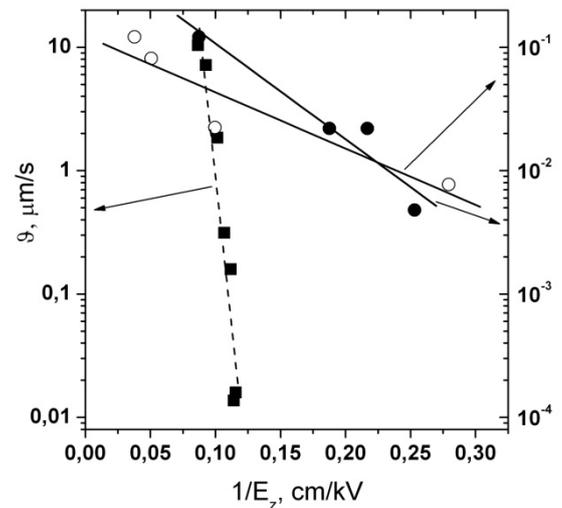


Рисунок 5. Скорости фронтального роста доменов вдоль полярной оси от обратного поля  $1/E_z$  для FC кристалла (квадраты) и ZFC кристалла (черные и белые кружки). Штриховая линия и сплошные линии – линейная аппроксимация.

Полученная линейная зависимость скорости движения доменной стенки от обратного поля согласуется с моделью Миллера- Вайнрайха, согласно которой (3):

$$\ln \vartheta_s = \ln \vartheta_\infty - \frac{\delta}{E} \quad (3)$$

где  $\delta$ - поле активации. Наблюдаемые закономерности проанализированы в рамках механизма ползучести [15].

Согласно модельному расчету, выполненному Н. А. Перцевым [А3] для однородных сегнетоэлектриков, длина доменов при  $U_{DC} = 50$  В должна достигать  $L = 10 - 15$  мкм, что существенно превышает максимальную  $L = 3-4$  мкм, достигнутую в FC SBN (рисунок 3). Было предположено, что эта заниженная величина связана с пиннингом доменов на RF (на случайно распределенных энергетических барьерах) согласно [12]. Зависимости  $\nu(1/E)$  для ZFC кристалла показаны кружками на рисунке 5 (для противоположных доменов, растущих из точки контакта). Эти зависимости отличаются гораздо худшей воспроизводимостью из-за фундаментальной неоднородности SBN. Грубые оценки дают величину энергии активации в  $U_a = 0.48$  и  $0.22$  эВ для FC и ZFC кристаллов, соответственно. Таким образом, процесс охлаждения под полем (FC) приводит к увеличению высоты потенциальных барьеров, определяющих кинетику переключения.

В разделе 3.4 приведены результаты измерений петель пьезоэлектрического гистерезиса  $H_\omega-U_{DC}$  на неполярной поверхности для различных  $t_p$  и проведено сравнение с результатами измерений на полярной поверхности. Обнаружена характерная для релаксорных сегнетоэлектриков низкочастотная дисперсия петель  $H_\omega-U_{DC}$  (в области 1 – 10 Гц).

В разделе 3.5 обсуждается запись доменных решеток методом растровой литографии с использованием шаблона и процессы их релаксации. На рисунках 6 а и б приведен пример доменных решеток, записанных при ориентации полос шаблона нормально (“поперечная решетка”) и параллельно (“продольная решетка”) полярной оси (шаблон показан на вставке); поперечная решетка представляет собой структуру линейных встречных доменов.

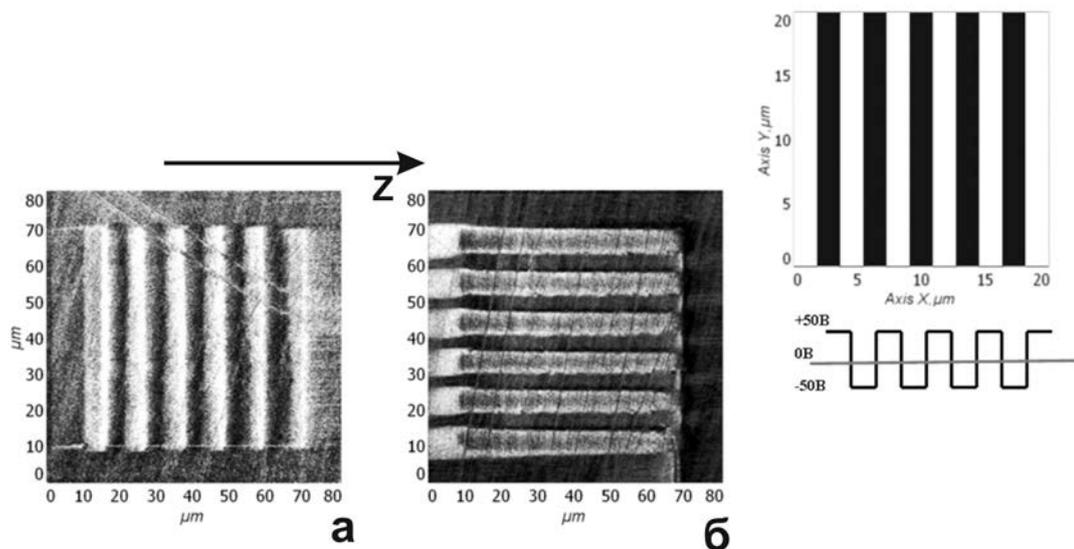


Рисунок 6. Доменные решетки, записанные методом растровой литографии на неполярной поверхности ZFC при ориентациях полос шаблона полос нормально (а) и параллельно (б) полярной оси Z. На вставке показан графический шаблон. Внизу под шаблоном показан вид цуга импульсов при записи решетки.

Исследовалась кинетика релаксации доменов и доменных решеток с различной ориентацией относительно полярной оси. На рисунке 7а показаны кинетики релаксации поперечных и продольных доменных решеток. В поперечной решетке после достаточно быстрого начального спада сигнала  $H = H_0 \exp(-t/\tau)$  ( $\tau = 1 - 10$  мин) до величины 20 – 50% от первоначального значения контраст сохраняется в течение времени наблюдения не менее нескольких суток. Продольная решетка распадается практически полностью за время порядка часов. Для сравнения на рисунке 7б приведены кинетики релаксации одиночного домена, записанного в FC кристалле, и одиночного встречного домена, записанного в ZFC кристалле (рисунок 1). Одиночный встречный домен сохраняется не менее суток, тогда как домен в FC кристалле распадается за время порядка десятков минут.

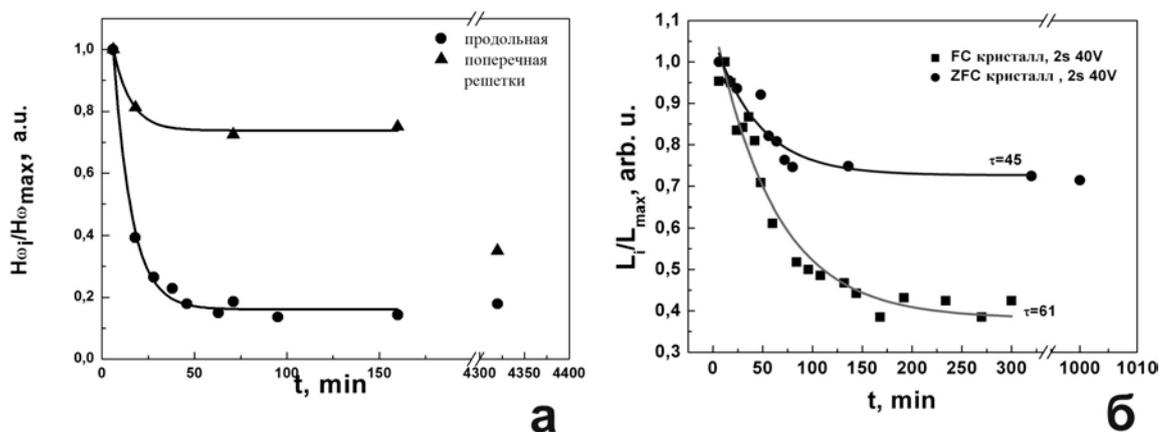


Рисунок 7. а) Кинетика релаксации поперечной и продольной доменных решеток в FC кристалле. Решетки были записаны при  $U_{DC} = +50V$  и  $t_p = 6$  мин б) Релаксация одиночных доменов в FC (нижняя кривая) и ZFC (верхняя кривая) кристалла на неполярной поверхности SBN, записанных при  $U_{DC} = 40V$ ,  $t_p = 2$  сек.

Данные рисунков 7а, б, свидетельствуют о повышенной устойчивости структур встречных доменов, которая объясняется [14] эффектами экранирования на доменных границах, нормальных к  $P_s$ .

**Глава 4** посвящена исследованиям процессов переключения методами зондовой микроскопии в оптических волноводах, созданных имплантацией высокоэнергетичных ионов He в кристаллах SBN и LiNbO<sub>3</sub>; в этих исследованиях использовался методический подход, разработанный при выполнении первой части диссертации.

В **разделе 4.1** изложены принципы получения оптических волноводных структур методом ионной имплантации [3]. Обсуждаемые ниже планарные волноводы в SBN и LiNbO<sub>3</sub> получены методом имплантации ионов He<sup>+</sup> с энергией 450 кэВ и флюенсом  $1 \times 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> в лаборатории кристаллических материала Шандуньского университета (Китай). В **разделе 4.2** изложены результаты по записи доменов и доменных структур с помощью АСМ на He-имплантированной полярной поверхности кристалла SBN. При указанных условиях облучения оценка толщины имплантированного слоя дает  $\approx 1$  мкм. На рисунке 8а показана схема записи доменов полем зонда АСМ в He-имплантированном SBN (ниже He-SBN); на рисунке 8б показан пример PFM изображения записанного домена.

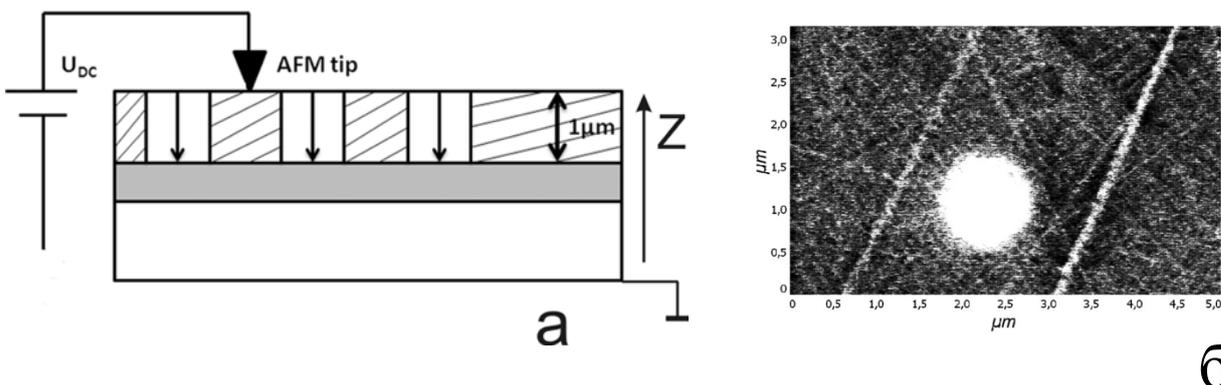


Рисунок 8. а) Схема эксперимента на АСМ, где стрелками показано направление  $P_r$  в наблюдаемых одиночных доменах, горизонтальный серый прямоугольник – имплантированный слой, заштрихованная область представляет фоновый контраст, померенный в PFM; б) PFM- изображение одиночного домена, записанного при приложении  $U_{DC}$ .

Исследовались характеристики записи одиночных доменов в ZFC и FC образцах. На рисунке 9а показана кинетика доменного диаметра  $D(t)$  при  $U_{DC} = \pm 50$  В для ZFC образца. Кинетика выхода на насыщение как в ZFC, так и FC образце аппроксимируется зависимостью (сплошная кривая)

$$D(t) = D_{\infty} - D_{\infty} \exp[-(t/\tau)^{\beta}] \quad (4)$$

где  $D_{\infty}$  - насыщенное значение  $D$  при данном  $U_{DC}$ ,  $\beta < 1$ . Кинетика макроскопической поляризации во внешнем поле в SBN кристалле следует такому же закону [12]. На рисунке 9б показан график  $D_{\infty}(U_{DC})$  для напряжений разных знаков  $U_{DC}$ .

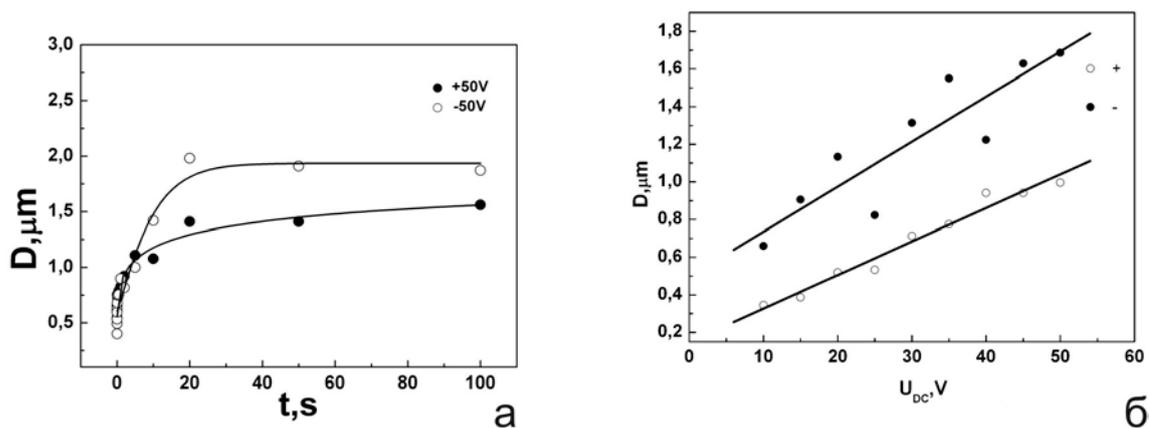


Рисунок 9. Одиночные записанные домены в ZFC (полидоменном) имплантированном кристалле SBN: а) кинетика записи домена  $D(t)$  при  $U_{DC}=-50\text{В}$  (верхний график) и  $U_{DC}=+50\text{В}$  (нижний график); б) зависимость диаметра домена от напряжения  $D(U_{DC})$ .

Зависимости  $D(t)$  и  $D_{\infty}(U_{DC})$  для напряжений разного знака не идентичны: значения  $D$  при  $-U_{DC}$  заметно выше, чем при  $+U_{DC}$ . Это “униполярность” является особенностью имплантированного образца, так как в неимплантированном кристалле SBN графики  $D(+U_{DC})$  и  $D(-U_{DC})$  идентичны [8-10]. В FC образцах униполярность проявляется еще более резко, поскольку домены могли быть записаны лишь в кристаллах, поляризованных отрицательным внешним полем  $E_{\text{ext}}=-3\text{кВ/см}$ . После поляризации полем  $E_{\text{ext}}=+3\text{кВ/см}$  АСМ запись выполнить не удалось, хотя для записывающего напряжения  $U_{DC} = -50\text{ В}$  оценки поля в приближении поля точечного заряда дают величину  $|E_z| \approx 100\text{ кВ/см} \gg E_c \approx 2 - 4\text{ кВ/см}$ . Выявленная униполярность, проявляющаяся также в резкой асимметрии петель гистерезиса, объяснена пиннингом доменов на структурно поврежденном имплантированном слое. В He-SBN методом растровой литографии были записаны 1D и 2D доменные структуры. На рисунке 10 показаны PFM изображения доменного квадрата (а) и шахматной доски (б), где белые и черные квадраты характеризуют антипараллельные  $180^\circ$ -домены, нормальные поверхности.

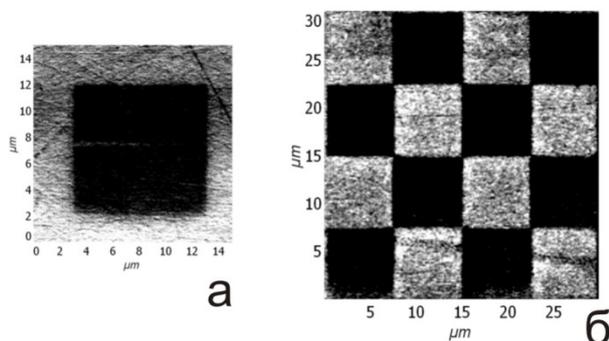


Рисунок 10. Доменный квадрат, записанный при постоянном напряжении  $U_{DC}=+50\text{В}$  (а) и шахматная доска, где белые и черные квадраты записаны при  $U_{DC}=0\text{В}$  и  $U_{DC}=+50\text{В}$ , соответственно (б).

Время распада шахматной доски составляет десятки часов, что на порядки ниже времен распада идентичных структур в неимплантированных

кристаллах SBN [9, 10]. Эта пониженная устойчивость доменных структур в He-SBN по сравнению с неимплантированным кристаллом также объясняется пиннингом доменов на структурно поврежденном слое, возникающем при ионной имплантации.

В разделе 4.3 изложены результаты исследования методами зондовой микроскопии доменных структур, записанных электронно-лучевым методом в волноводах He-LiNbO<sub>3</sub> на неполярной поверхности [A4, A6]. В разделе 4.3.1 приведены общие сведения о кристаллах LiNbO<sub>3</sub> и обсуждаются принципы метода создания доменов электронно-лучевым методом на неполярной поверхности сегнетоэлектриков [18]. На рисунке 11 приведена схема записи домена (а) и доменных решеток (б) на неполярной поверхности He-LiNbO<sub>3</sub>, используя электронный луч РЭМ.

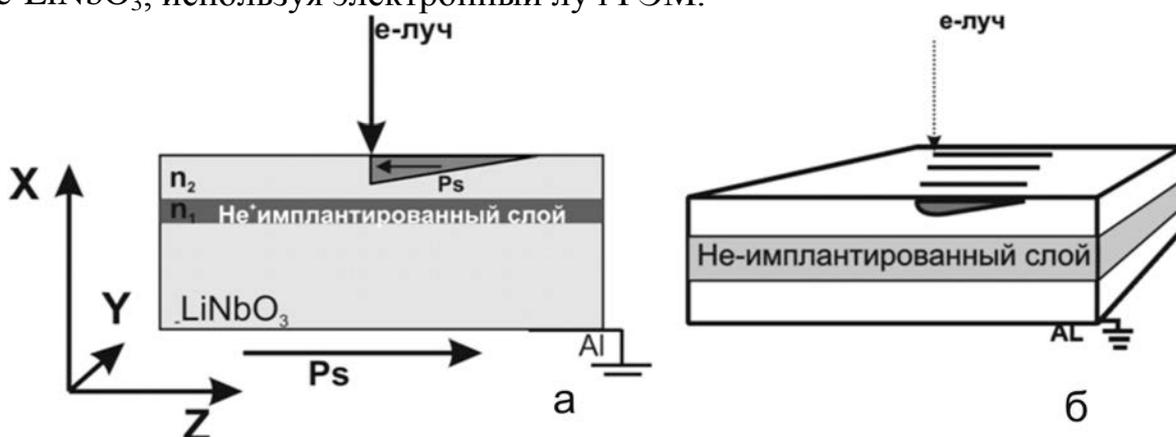


Рисунок 11. Схема записи домена (а) и доменных решеток (б) на неполярной поверхности He-LiNbO<sub>3</sub>, используя электронный луч РЭМ.

В разделе 4.3.2 изложены результаты исследования записанных доменных структур методом PFM. Для упомянутых выше режимов He-имплантации расчет дал глубину имплантированного слоя  $D \approx 1.4 - 1.5$  мкм. Оптические измерения, выполненные в ТУСУР кафедре электронных приборов, определили толщину волновода  $h \approx 1.07$  мкм для  $\lambda = 440$  нм. Ранее [19] было показано, что при электронном облучении неполярных поверхностей LiNbO<sub>3</sub> глубина (рисунок 11) возникающих планарных доменов определяется соотношением

$$T_d \approx R_e = 78.9U^{1.7}/\rho \quad (5)$$

где  $R_e$  – глубина пробега электронов,  $U$  – ускоряющее напряжение РЭМ, плотность кристалла LiNbO<sub>3</sub>  $\rho = 4,65$  г/см<sup>3</sup>. Для  $U = 5, 10, 15$  и  $25$  кВ  $T_d = 0.25, 1.4, 1.6$  и  $4$  мкм. На рисунке 12 показаны PFM изображения записанных решеток с заданным периодом  $\Lambda = 4$  мкм, иллюстрирующие изменение доменных решеток с ростом времени облучения. Решетки, записанные при  $U = 10$  и  $15$  кВ, достаточно регулярны. При  $U = 25$  кВ период значительно больше и решетка не регулярна.

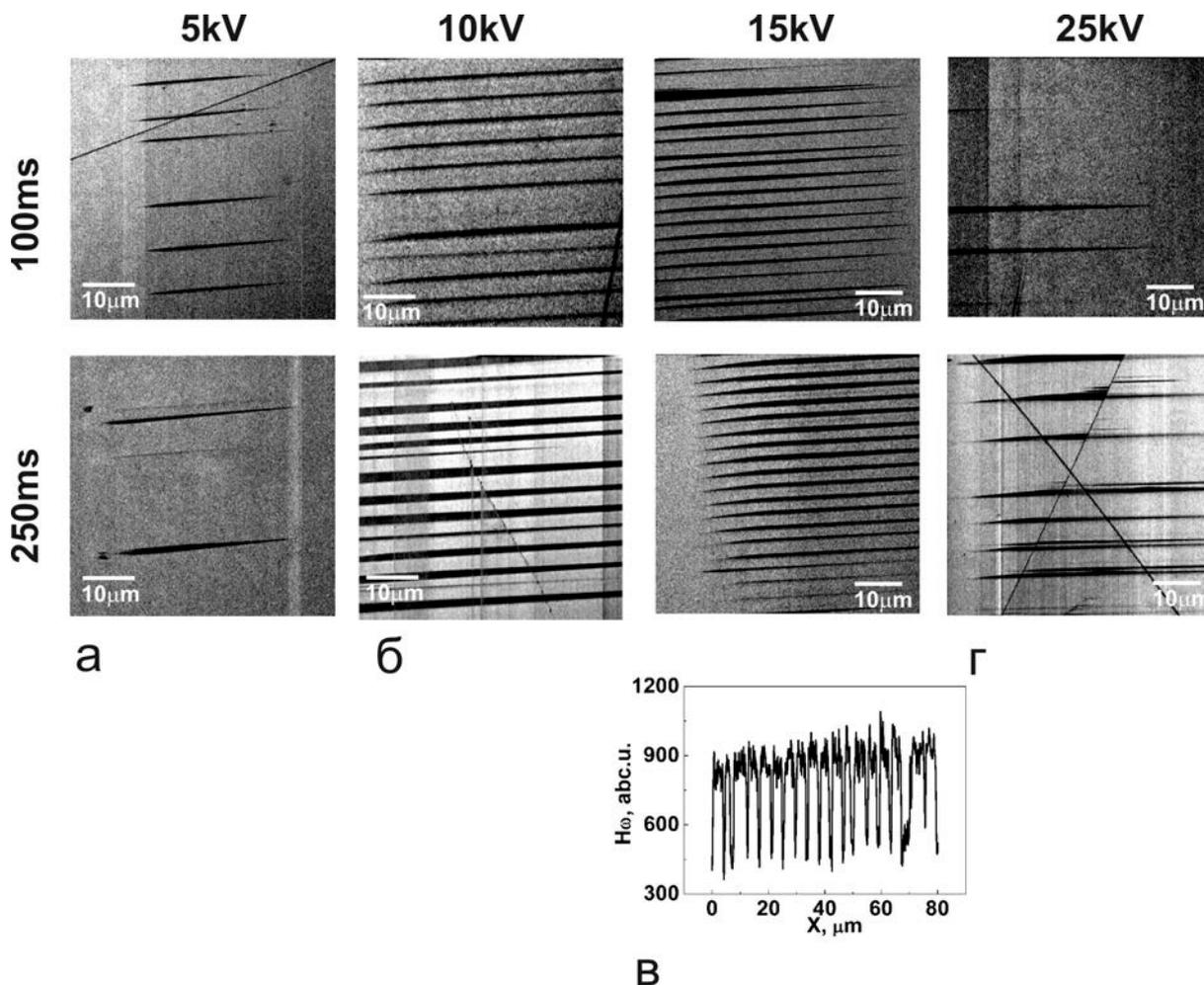


Рисунок 12. PFM изображения записанных решеток, иллюстрирующие изменение доменных решеток с ростом времени облучения: (а-г)  $U=5, 10, 15$  и  $25$  кВ, соответственно; первый и второй ряд соответствуют  $t_{irr}=100$  и  $250$  мс; третий ряд (в) показан профиль ЭМО сигнала для  $t_{irr}=250$  мс. Период решеток  $\Lambda=4$  мкм в (б) и (в); период в (г) значительно больше и решетка не регулярна.

На рисунке 13 приведены зависимости средней длины доменов  $L_d$  в записанных решетках от времени облучения  $t_{irr}$  для  $U = 5, 10, 15$  и  $25$  кВ (графики 1 – 4, соответственно). Для сравнения приведена зависимость  $L_d(t_{irr})$  для  $U = 25$  кВ в неимплантированном кристалле (штриховой график 5). Зависимости  $L_d(t_{irr})$  для  $U = 10$  и  $15$  кВ описываются линейной функцией, так же как  $L_d(t_{irr})$  для всех  $U$  в неимплантированных кристаллах  $LiNbO_3$  (график 5, рисунок 13).

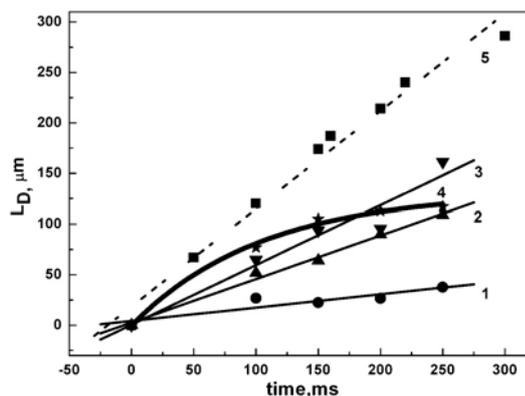


Рисунок 13. Зависимости длины доменных решеток от времени облучения в He-LiNbO<sub>3</sub>, полученные после облучения при U = 5, 10, 15 и 25 кВ (графики 1, 2, 3, 4 соответственно; кривая 4 обозначена звездочками); 5 – зависимость L<sub>d</sub>(t<sub>irr</sub>) в неимплантированном LiNbO<sub>3</sub> при U = 25 кВ.

Линейная зависимость L<sub>d</sub>(t<sub>irr</sub>) была интерпретирована [18] как доказательство роста доменов по закону вязкого трения

$$v_f = \mu E \quad (6)$$

где v<sub>f</sub> и μ – скорость фронтального роста вдоль Z и подвижность доменной стенки, соответственно; E – приложенное поле. В отличие от этого, в He-LiNbO<sub>3</sub> для U = 25 кВ L<sub>d</sub>(t<sub>irr</sub>) нелинейна (график 4, рисунок 13).

Таким образом, согласно рисункам 12 и 13 характеристики решеток, записанных при U = 25 кВ, резко отличаются от характеристик решеток, записанных при меньших U. Это было объяснено следующим образом. При U = 10, и 15 кВ толщины доменов T<sub>d</sub> ≤ D, т.е. процесс роста доменов происходит в пределах слоя, лежащего выше структурно нарушенной имплантированной области, и следует закону (6). В случае U = 25 кВ T<sub>d</sub> ≈ 4 – 5 кВ > D ≈ 1.4 - 1.5 мкм, т. е. рост доменов происходит в области, включающей в себя структурно поврежденный слой. По-видимому, этот слой с повышенной концентрацией дефектов приводит к пиннингу растущего домена и, как следствие, отклонению динамики роста от закона (6). Поскольку согласно (5) величина T<sub>d</sub> плавно регулируется ускоряющим напряжением U, полученный результат позволяет при записи доменов электронным лучом подобрать величину U, дающую максимальную регулярность решетки для волновода данной толщины D.

### Основные результаты и выводы

I. Впервые выполнено расширенное исследование формирования доменов на неполярной поверхности сегнетоэлектрика при приложении электрического поля зонда АСМ.

1. Полем зонда АСМ созданы микродомены и регулярные микродоменные структуры на неполярной поверхности кристаллов релаксорного

- сегнетоэлектрика  $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$  (SBN). Показана информативность этого метода для исследования механизма динамики доменов.
2. Механизм наблюдаемого фронтального роста доменов на неполярной поверхности SBN под действием поля зонда АСМ проанализирован в приближении поля линейного заряда. Скорость фронтального роста линейно зависит от обратного поля, что укладывается в рамки модельного описания. При этом равновесная длина доменов существенно ниже величины, предсказываемой модельными расчетами для однородного сегнетоэлектрика, что можно объяснить пиннингом доменных стенок на случайном внутреннем поле в объеме кристалла, характерном для релаксорных сегнетоэлектриков.
  3. Впервые сформированы структуры встречных доменов (одиночных доменов “голова-к голове”, “хвост-к-хвосту” и встречных линейных доменов) на неполярной поверхности; установлена их повышенная устойчивость, связанная с процессами экранирования на доменной границе, нормальной  $P_s$ .
- II. Впервые методами зондовой микроскопии исследовано формирование доменов в планарных оптических волноводах, созданных методом имплантации ионов  $\text{He}^+$  на сегнетоэлектрических кристаллах.

1. Поле зонда АСМ созданы микродомены и 1D и 2D микродоменные структуры в планарных оптических волноводах, изготовленных имплантацией ионов  $\text{He}$  с энергией 450 кэВ на кристаллах SBN. При записи доменов методом АСМ в волноводах  $\text{He-SBN}$  выявлена значительная униполярность переключения, которая проявляется в сильной зависимости процесса формирования доменов и кинетики их распада от знака записывающего напряжения поля зонда  $U_{DC}$ , т.е. от направления исходной остаточной поляризации  $P_r$ . Эта униполярность, а также неустойчивость записанных структур объяснена пиннингом доменов на структурно поврежденном слое, возникающем при ионной имплантации.
2. Методом микроскопии пьезоотклика исследованы характеристики доменов и доменных структур, впервые созданных электронным лучом РЭМ в планарных оптических волноводах, изготовленных имплантацией ионов  $\text{He}^+$  с энергией 500 кэВ на неполярных поверхностях кристаллов  $\text{LiNbO}_3$ . Исследование характеристик записанных доменных решеток от ускоряющего напряжения РЭМ  $U = 5 - 25$  кВ показало, что условием формирования регулярных решеток является  $T_d \leq D$  (где  $T_d$  и  $D$  – глубина доменов и  $\text{He}$ -имплантированного слоя, соответственно). Поскольку, как показано ранее, величина  $T_d$  однозначно определяется величиной ускоряющего напряжения, полученный вывод позволяет выбрать величину  $U$ , обеспечивающую высокую однородность доменных решеток в волноводе данной толщины.

3. При условии  $T_d \leq D$  длина  $L_d$  доменов и доменных решеток линейно увеличивается с временем облучения  $t_{irr}$ , что объясняется ростом доменов по закону вязкого трения. При  $T_d > D$  линейность  $L_d(t_{irr})$  нарушается вследствие пиннинга доменов на He-имплантированном структурно поврежденном слое.
4. Установлено увеличение длины доменных решеток по сравнению с  $L_d$  одиночных доменов, записанных при тех же условиях. Согласно предложенной ранее модели увеличение связано с тем, что решетка формируется в суммарном поле  $\mathbf{E} = \sum_{i=1}^n \mathbf{E}_i$ , где  $\mathbf{E}_i$  – поле пространственного заряда в каждой облученной точке.

**Результаты диссертации изложены в следующих работах:**

**Статьи:**

- A1. Т. Р. Волк, Р. В. Гайнутдинов, **Я. В. Боднарчук**, Л. И. Ивлева, Создание доменов и доменных структур на неполярной поверхности кристаллов  $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$  методом атомно - силовой микроскопии// Письма в ЖЭТФ. 2013. Т.97. с.554-560.
- A2. T. R. Volk, R. V. Gainutdinov, **Ya. V. Bodnarchuk**, L. V. Simagina, E. D. Mishina, N. A. Ilyin, V. V. Artemov, and L. I. Ivleva, Microdomain Arrays Fabricated in Strontium-Barium Niobate Crystals by Microscopic Methods// *Ferroelectrics*. 2013. Vol.442. p. 63-73.
- A3. N. A. Pertsev, R. V. Gainutdinov, **Ya. V. Bodnarchuk**, and T. R. Volk. Blockage of domain growth by nanoscale heterogeneities in a relaxor ferroelectric  $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$ // *Journal of Applied Physics*. 2015. Vol.17. p.034101.
- A4. Т. Р. Волк, Р. В. Гайнутдинов, Л.С. Коханчик, **Я. В. Боднарчук**, Е.Д. Мишина, С.Д.Лавров, F. Chen, Запись нано- и микродоменных структур электронным лучом в оптических волноводах, созданных в сегнетоэлектрических кристаллах методом имплантации ионов гелия// *Наноматериалы и наноструктуры - XXI век*. 2015. т.6. №2. с.46-51.
- A5. **Ya. Bodnarchuk**, R. Gainutdinov, S. Lavrov, T. Volk, F. Chen, H. Liu, Fabrication of microdomains and microdomain patterns by AFM method in He-implanted optical waveguides on strontium-barium niobate crystals// *Ferroelectrics*. 2015. vol. 485. p. 1-12.
- A6. T.R. Volk, L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, **Y. V. Bodnarchuk**, S. M. Shandarov, M. V. Borodin, S. D. Lavrov, H. Liu, F. Chen. Microdomain patterns recorded by an electron beam in He-implanted optical waveguides on X-cut  $LiNbO_3$  crystals// *Journal of Lightwave Technology*. 2015. vol. 33, no. 23.p.4761-4766.

**Тезисы и материалы конференций:**

- 1) **Ya.V. Bodnarchuk**, R.V. Gainutdinov, T.R. Volk. Kinetic characteristics of the microdomain arrays recorded in strontium-barium niobate crystals by microscopic methods, L.I. Ivleva// *Proceedings of 11th International Symposium on Ferroic Domains and Micro- to Nanoscopic Structures and*

the 11th Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity, ISFD-11th-RCBJSF, 2012, Екатеринбург, стр.121.

2) **Я.В. Боднарчук**, Р.В.Гайнутдинов, Т.Р. Волк. Создание микродоменных структур на кристаллах ниобата-бария стронция на неполярной поверхности методом атомно-силовой микроскопии// XI Международная научно-техническая конференция «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения», INTERMATIC – 2012, Москва, Тезисы докладов, стр.51-53.

3) **Ya. V. Bodnarchuk**, R. V. Gainutdinov, and T. R. Volk. Fabrication of microdomains and microdomain arrays by the AFM method in strontium-barium niobate // Proceedings of the International Conference on Coherent and Nonlinear Optics (ICONO) and the Lasers, Applications, and Technologies (LAT) conference (ICONO-LAT) 2013, Москва.

4) R. V. Gainutdinov, **Ya. V. Bodnarchuk**, T. R. Volk, Feng Chen, Hongliang Liu. Ferroelectric microdomains and microdomain arrays recorded in the field of atomic force microscope in the optical waveguides formed on the surface of strontium-barium niobate crystals// Proceedings of 13th International Meeting on Ferroelectricity, 2013,Krakow, Poland, p.162.

5) R. V. Gainutdinov, and T. R. Volk, **Ya. V. Bodnarchuk**, L.V. Simagina. A.L.Tolstikhina. Fabrication of regular domain arrays with by means of atomic force microscope on the polar and nonpolar surfaces on strontium-barium niobate crystals// Proceedings of 13th International Meeting on Ferroelectricity, 2013,Krakow, Poland, p.192.

6) Л.В. Симагина, Р.В. Гайнутдинов,Т.Р. Волк, Е.Д. Мишина, С.В. Семин, Н.А. Ильин, А.Л. Толстихина, **Я.В. Боднарчук**, Л.И. Ивлева, Создание регулярных доменных структур в кристаллах ниобата бария-стронция методом атомно-силовой микроскопии: особенности записи, временная и температурная стабильность// Нанозифика и нанозлектроника, XVII Международный симпозиум, 2013 г, Нижний Новгород, тезисы докладов, стр. 206-207.

7) R. V. Gainutdinov, T. R. Volk, **Ya. V. Bodnarchuk**, Feng Chen and Hongliang Liu. Fabrication of regular microdomains patterns by the AFM method in helium-implanted optical waveguides on strontium-barium niobate crystals// Proceedings of European Conference on Applications of Polar Dielectrics (ЕСАРD-14) 2014, Литва, p.181.

8) Гайнутдинов Р.В., **Боднарчук Я.В.**, Волк Т.Р. Особенности формирования доменов и доменных структур на неполярной поверхности ниобата бария – стронция при записи в поле атомно-силового микроскопа// XX Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков (ВКС – XX) 2014г, Красноярск, Тезисы докладов, стр. 303-304.

9) Волк Т.Р., Гайнутдинов Р.В., Коханчик Л.С., **Боднарчук Я.В.**, Мишина Е.Д., Лавров С.Д. Создание планарных микродоменных структур микроскопическими методами (АСМ и РЭМ)// XX Всероссийская

конференция по физике сегнетоэлектриков (ВКС – XX) 2014г, Красноярск, Тезисы докладов, стр. 31-32.

10) **Ya. V. Bodnarchuk**, R. V. Gainutdinov, T. R. Volk, N.A. Pertsev, Recording of domains and domain patterns on the non-polar surface of  $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$  crystals by the AFM method// Proceedings of 13th European meeting on ferroelectricity, (EMF-2015) 2015, Portugal.

11) T. R. Volk, L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, **Ya. V. Bodnarchuk**, S. D. Lavrov, and Feng Chen, Domain Engineering in Ferroelectric Crystals and Optical Waveguides with the Use of Electron Beam Irradiation and Atomic Force Microscopy// Proceedings of 13th European meeting on ferroelectricity, (EMF-2015) 2015, Portugal.

12) **Я.В.Боднарчук**, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк, Исследование 1D и 2D-доменных структур на неполярной поверхности ниобата бария – стронция при записи в поле атомно-силового микроскопа// XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (РЭМ - 2015) 2015г, Черноголовка, Тезисы докладов, стр.130-131.

13) Tatyana. R. Volk, Radmir V. Gainutdinov, **Yadviga V. Bodnarchuk**, Lyudmila S. Kokhanchik, Elena D. Mishina, Serguei D. Lavrov, Feng Chen. Domain engineering in  $\text{LiNbO}_3$ -based optical waveguides and films with the use of microscopic method (electron beam irradiation and atomic force microscope // Proceedings of the Second Russia-China Workshop on Dielectric and Ferroelectric Materials, 2015, Voronezh, p.8.

### Список цитированной литературы

1. Физика сегнетоэлектриков современный взгляд, под редакцией К.М. Рабе, Ч.Г. Ана, Ж.-М. Трискона, Москва, Бином. 2011. 440 с.
2. W. Sohler, H. Hu, R. Ricken, V. Quiring, Ch. Vannahme, H. Herrmann, et. al., W. Sohler, et.al., Integrated optical devices in lithium niobate// Optics and Photonic News, 2008, vol.19, p. 24-31
3. Feng Chen. Micro- and submicrometric waveguiding structures in optical crystals produced by ion beams for photonic applications// Laser Photon. Rev. 2012. vol.6. no.5. p.622–640/
4. Kholkin A, Kalinin S, Roelofs A and Gruverman A, Review of Ferroelectric domain imaging by piezoresponse force microscopy Scanning Probe Microscopy / S Kalinin and A Gruverman//New York: Springer. 2007. P. 173–214.
5. Л.С. Коханчик, и др. Периодические доменные структуры, сформированные электронным лучом в пластинах  $\text{LiNbO}_3$  и планарных волноводах  $\text{Ti:LiNbO}_3$ -ориентации// ФТТ. 2010. т. 52. с. 1602-1609.
6. T. Volk, M. Wöhlecke. Lithium Niobate: Defects, Photorefractive and Ferroelectric Switching. Springer. 2008. 247 p.

7. Ю. С. Кузьминов. Сегнетоэлектрические кристаллы для управления лазерным излучением. М.: Наука. 1982. 400 с.
8. Гайнутдинов Р. В., Волк Т. Р., Толстихина А. Л., Ивлева Л. И. Создание микродоменов в атомно-силовом микроскопе в сегнетоэлектрических кристаллах НБС // Письма в ЖЭТФ, 2007. Т.86, с.299.
9. Gainutdinov R.V., et.al., Recording of Domains and Regular Domain Patterns in Strontium-Barium Niobate Crystals in the Field of Atomic Force Microscope//Appl.Phys.B. 2009. vol. 95. p.505-512.
10. Volk T.R., et.al. Ferroelectric microdomains and microdomain arrays recorded in strontium-barium niobate crystals in the field of atomic force microscope// J. Appl. Phys. 2010. vol. 108. P.042010.
11. Волк Т.Р., и др. Исследование сегнетоэлектрических свойств кристаллов ниобата бария-стронция методом сканирующей зондовой микроскопии// ФТТ. 2011. т.53. вып.12. с.2345-2351.
12. W. Kleemann. The relaxor enigma - charge disorder and random fields in ferroelectrics// Journal of Materials Science. 2006, vol. 41. p.129–136.
13. Shvartsman VV, Kleemann W, Łukasiewicz T, Dec J., Nanopolar structure in  $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$  single crystals tuned by the Sr/Ba ratio and investigated by piezoelectric force microscopy// Phys. Rev. B. 2008. vol.77. p.054105.
14. Alexander K. Tagantsev, Eric L. Cross, Jan Fousek. Domains in Ferroic Crystals and Thin Films. Springer. 2010. 711 p
15. T. Tybell, P. Paruch, T. Giamarchi, and J.-M. Triscone. Domain Wall Creep in Epitaxial Ferroelectric  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3$  Thin Films//Phys. Rev. Lett. 2002. vol.89. p.097601.
16. А. В. Анкудинов, А. Н. Титков, Атомно-силовая микроскопия поляризационных доменов в сегнетоэлектрических пленках, ФТТ, 2005, 47, 1110-1117.
17. N. A. Pertsev and A. L. Kholkin, Subsurface nanodomains with in-plane polarization in uniaxial ferroelectrics via scanning force microscopy// Phys. Rev. B. 2013. vol.88. p.174109.
18. Kokhanchik L.S., Volk T.R. Domain inversion in  $\text{LiNbO}_3$  and Zn-doped  $\text{LiNbO}_3$  crystals by the electron-beam irradiation of the nonpolar Y-surface // Appl. Phys. B., 2012, vol. 110, p. 367–373.
19. L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, E. D. Mishina, S. D. Lavrov, T. R. Volk, Characterization of electron-beam recorded microdomain patterns on the nonpolar surface of  $\text{LiNbO}_3$  crystal by nondestructive methods, Appl.Phys.Lett. 2014, vol.105, p.142901.