

На правах рукописи

Симагина Лилия Викторовна

**Динамика доменов, созданных в кристаллах твердых растворов ниобата
бария-стронция в поле зонда СЗМ**

Специальность 01.04.18 – кристаллография, физика кристаллов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Москва 2016

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

Научный руководитель: Гайнутдинов Радмир Вильевич,
кандидат физико-математических наук, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Официальные оппоненты: Бухараев Анастас Ахметович,
доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией физики и химии поверхности Казанского Физико-технического института им. Е.К. Завойского КазНЦ РАН, заслуженный деятель науки РТ, член-корр. Академии наук РТ
Овчинникова Галина Ивановна,
кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник кафедры фотоники и физики микроволн Физического факультета МГУ им. М.В Ломоносова

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Защита диссертации 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 и на сайте ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН <http://crys.ras.ru/>.

Автореферат разослан: «___» _____ 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 002.114.01
кандидат физико-математических наук

К.В. Фролов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования и степень ее разработанности

Одной из важнейших задач нелинейной оптики, развитие которой получило мощный импульс с появлением лазеров, представляется существенное расширение диапазона частот генерируемого когерентного излучения. В последние годы на базе перспективных идей Н. Бломбергера [1], предложившего так называемый «метод квазисинхронизма» для реализации различных типов преобразования частот, был разработан новый класс нелинейно-оптических кристаллов – сегнетоэлектрических кристаллов с регулярной доменной структурой (РДС). Наиболее широко используемые кристаллы в нелинейной оптике (LiNbO_3 и LiTaO_3) обладают рядом недостатков, в связи с чем развитие идеи нелинейного преобразования на периодических структурах с модулированным знаком квадратичной восприимчивости $\chi^{(2)}$ требует расширения числа используемых материалов.

В качестве одного из перспективных материалов для обсуждаемых целей представляются сегнетоэлектрические твердые растворы $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN-x), характеризующиеся большим разнообразием составов, высокой оптической нелинейностью и лучевой стойкостью [2]. В литературе уже имеется ряд экспериментальных работ по исследованию уникального эффекта диффузной генерации второй гармоники (ГВГ) на неупорядоченной доменной структуре SBN, присущей кристаллу при охлаждении в нулевом поле и выступающей в роли 2D-нелинейной фотонной системы с квазипериодически модулированным значением $\chi^{(2)}$ [3]. В то же время задачи современной фотоники требуют получения РДС с периодом субмикроскопического масштаба. Одним из наиболее распространенных в настоящее время методов для решения такой задачи является сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) в своих различных модификациях. Возможности СЗМ в отношении сегнетоэлектриков позволяют проводить контролируемую запись и прецизионное неразрушающее исследование мелкомасштабных доменных структур, что делает данный набор методов одним из наиболее удобных для целей доменной инженерии [4]. В работах Р.В. Гайнутдинова и соавторов, выполненных в Институте кристаллографии РАН (ИК РАН), были получены первые результаты по изучению характеристик локального переключения в кристалле SBN-0,61, иллюстрирующие «гибкость» данного материала в отношении СЗМ-записи доменов [5, 6]. Все эти свойства сделали кристаллы SBN многообещающим материалом для исследования нелинейного преобразования лазерного излучения на доменных структурах.

Результаты исследований сегнетоэлектрических свойств кристаллов SBN макроскопическими методами, выполненные в ИК РАН В.В. Гладким с соавторами, показали, что процессы поляризации в них существенно отличаются от модельного сценария [7], однако информация о механизме переключения и динамике доменов в SBN, как и других сегнетоэлектриках релаксорного типа, еще весьма скудная. Метод PFM как способ визуализации доменной структуры и мониторинга процессов поляризации на

субмикроскопическом уровне особенно информативен для исследования релаксорных систем, поскольку эффективный диаметр острия зонда СЗМ сопоставим с характеристическим размером полярных кластеров, присущих таким объектам и определяющих специфику их свойств. В связи с этим исследование локального переключения SBN с применением СЗМ-записи и визуализации представляется важным не только с позиций развития возможности контролируемого формирования РДС для целей нелинейного преобразования излучения, но и для определения условий и закономерностей доменообразования в релаксорных сегнетоэлектриках.

Цели и задачи исследования

Цели настоящей работы заключались в исследовании процессов создания микро- и субмикродоменных структур в кристаллах SBN различного состава СЗМ-методом и изучении нелинейного преобразования лазерного излучения на записанных в поле СЗМ-зонда структурах. Для выполнения данных целей были поставлены следующие **задачи**:

1. исследовать сегнетоэлектрическое переключение в кристаллах SBN на субмикроскопическом уровне и сопоставить полученные данные с результатами макроскопических измерений поляризации SBN;
2. изучить закономерности релаксации доменов и доменных структур, созданных в SBN методом СЗМ, и влияние внешних воздействий (температуры, УФ-излучения) на их динамику;
3. исследовать ГВГ на доменных решетках, записанных в SBN в поле зонда СЗМ, методом нелинейной дифракции.

Научная новизна

Проведенное исследование сегнетоэлектрических свойств кристаллов SBN различных составов на субмикроскопическом уровне группой методов СЗМ впервые выявило специфику локальных процессов переключения SBN, связанную с релаксорной природой изучаемых кристаллов. Особенности переполаризации SBN проявляются в виде низкочастотной дисперсии коэрцитивных полей кристаллов и медленного термоактивационного характера кинетики локального переключения. Впервые наблюдался эффект обратного переключения в SBN.

Обнаружены особенности распада доменов, созданных в кристаллах SBN в поле зонда СЗМ. Установлена взаимосвязь характеристик релаксации одиночных доменов и доменных ансамблей с геометрическим фактором: с уменьшением протяженности доменных границ в расчете на площадь ансамбля (приведенного периметра домена) стабильность доменной структуры субмикроскопического масштаба возрастает. Впервые проанализирован характер перестройки неравновесных доменов в SBN в условиях фотовозбуждения. Выявлена устойчивость поляризованного состояния в SBN к длительному отжигу при $T \gg T_{fn}$, что иллюстрирует аномалию этого материала как релаксорного сегнетоэлектрика.

Впервые на планарных микродоменных решетках, созданных в поле зонда СЗМ в SBN, было исследовано преобразование лазерного излучения во вторую гармонику методом нелинейной дифракции в режиме QPM в неколлинеарной геометрии. Эти результаты позволяют заключить, что данный сегнетоэлектрик представляется удобным лабораторным материалом для создания и исследования систем, предназначенных для нелинейного преобразования оптического излучения.

Практическая значимость работы

Реализация ГВГ на микродоменной решетке в SBN в режиме QPM продемонстрировала перспективность кристаллов SBN в качестве базы для исследования преобразования лазерного излучения в нелинейных фотонных кристаллах. Диагностика ГВГ на приповерхностной РДС с помощью нелинейной дифракции в геометрии на отражение показала применимость данного метода для тестирования тонких несквозных нелинейно-оптических систем.

Методология и методы исследования

Для исследования локального переключения кристаллов SBN была использована группа методов СЗМ. Запись одиночных доменов и доменных ансамблей в SBN осуществлялась с применением СЗМ-литографии. Визуализация доменов в SBN проводилась с помощью силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика (PFM). Получение петель пьезоэлектрического гистерезиса проводилось с использованием локальной переполаризации SBN в поле СЗМ-зонда в сочетании со считыванием отклика материала в режиме PFM. Макроскопические измерения электрических сигналов, связанных с изменением поляризации в исследуемых кристаллах, проводились компенсационным электрометрическим методом. Исследование ГВГ Ti-сапфирового лазера на микродоменных решетках в SBN выполнялось методом нелинейной дифракции в геометрии на отражение.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Результаты исследования сегнетоэлектрического переключения в SBN различных составов на субмикроскопическом уровне, обнаружившие особенности, связанные с релаксорной природой изучаемых кристаллов, а именно:
 - дисперсию полей E_c в зависимости от частоты переключающего поля;
 - эффект обратного переключения;
 - медленный термоактивационный характер кинетики роста доменов с выходом на уровень насыщения, определяемый величиной приложенного поля.
2. Результаты нелинейного преобразования частоты излучения Ti-сапфирового лазера при выполнении условия фазового квазисинхронизма на микродоменной решетке в SBN.

3. Результаты исследования кинетики распада доменов в SBN, определяющие влияние геометрии доменного ансамбля, состава кристалла и внешних воздействий (температуры, УФ-излучения) на устойчивость неравновесных доменов в SBN.
4. Применимость модели точечного заряда для оценки поля под острием СЗМ-зонда.

Достоверность полученных результатов

Достоверность и качество полученных результатов обеспечены применением современного оборудования, сертифицированного в соответствии с российскими и международными стандартами, и подтверждаются публикациями материалов работы в рейтинговых рецензируемых отечественных и международных научных журналах с высоким импакт-фактором, а также докладами на отечественных и международных конференциях.

Личный вклад

Автором выполнены все эксперименты по изучению локального переключения кристаллов SBN различного состава, записи доменов и доменных ансамблей в них, изучению их релаксации во времени и под влиянием внешних воздействий, проводимые с применением группы методов СЗМ. При непосредственном участии автора совместно с соавторами публикаций проводились эксперименты по исследованию ГВГ на РДС в SBN методом нелинейной дифракции. Автор выполнил обработку и анализ всех экспериментальных данных, проводил расчеты физических параметров и участвовал в обобщении и интерпретации результатов совместно с научным руководителем и соавторами. Автор принимал участие в представлении результатов на научных конференциях и подготовке публикаций в научных журналах.

Апробация работы

Материалы, вошедшие в диссертационную работу, докладывались на молодежном конкурсе научных работ ИК РАН в 2010 году (I премия), а также на международных (7) и отечественных (5) конференциях (см. в списке основных публикаций).

Публикации

Результаты работы опубликованы в 5 статьях в международных и отечественных научных журналах, входящих в список рецензируемых научных изданий ВАК, а также в материалах международных и национальных научных конференций (12).

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 5 глав, выводов и библиографии. Объем диссертации составляет 144 страницы, включая 56 рисунков, 12 таблиц и список литературы из 100 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении дана общая характеристика работы, изложены цели исследования и положения, выносимые на защиту, подчеркнута актуальность, научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

В **главе 1** дан краткий обзор литературных данных, отражающих современное состояние исследований сегнетоэлектрических свойств кристаллов SBN, процессов переключения кристаллов сегнетоэлектриков на субмикроскопическом уровне, а также данных, описывающих принципы нелинейного преобразования излучения на РДС сегнетоэлектриков. В **разделе 1.1** отмечается, что кристаллы оксидных твердых растворов SBN относятся к классу одноосных релаксорных сегнетоэлектриков, для которых характерен постепенный размытый переход из сегнето- в параэлектрическую фазу, наблюдаемый в широком температурном интервале. Это размытие обусловлено тем, что кристаллы SBN являются существенно неоднородными системами с разупорядоченной структурой [2]. Благодаря этому, в силу флуктуаций внутренних полей, случайно распределенных в объеме кристалла, на макроуровне в SBN наблюдаются аномалии процессов поляризации и особенности петель диэлектрического гистерезиса [7]. Проявление релаксорных свойств в SBN многие авторы связывают с динамикой полярных нанокластеров в области фазового перехода [8]. В **разделе 1.2** рассматриваются вопросы переключения сегнетоэлектриков в условиях пространственно неоднородного поля зонда СЗМ. Показано, что единых закономерностей кинетики роста доменов в различных сегнетоэлектриках не выявлено. В **разделе 1.3** описана способность квадратично-нелинейной среды к обогащению спектра частот световых волн, распространяющихся в ней, при выполнении условия фазового квазисинхронизма (QPM) [1]. Показана перспективность SBN в качестве среды для создания РДС с целью нелинейного преобразования частоты лазерного излучения. В заключении литературного обзора сформулирована постановка задач диссертации.

В **главе 2** изложено описание экспериментальных методик, используемых в работе, таких как: группа методов СЗМ (СЗМ-литография для осуществления локальной переполаризации образцов; PFM-метод (вертикальный режим) для визуализации доменной структуры полярного среза сегнетоэлектриков и считывания сигнала локального пьезоотклика H); компенсационная электрометрическая методика (для исследования поляризации кристаллов в однородных макроскопических полях); метод нелинейной дифракции (для исследования ГВГ на РДС в режиме QPM в неколлинеарной геометрии). Приведено описание физических явлений, на которых основаны данные методы и показано устройство экспериментальных установок, применяемых в работе. Также в данном разделе представлено краткое описание используемых в эксперименте кристаллов: исследовались полярные c -срезы кристаллов SBN-0,61; SBN-0,61 с примесью 0,25 вес.% Nd_2O_3 (SBN-Nd); SBN-0,75, предварительно отожженные выше температуры

диэлектрического максимума (T_{max}) и охлажденные в закороченном состоянии (исходно полидоменные).

Расчет пространственного распределения нормальной компоненты поля $E_z(r, z)$ под острием СЗМ-зонда проводился в работе с использованием модели полубесконечного анизотропного диэлектрика в поле точечного заряда [9]. Острие СЗМ-зонда рассматривалось в этом случае как заряженная сфера.

Локальные петли пьезоэлектрического ($H-U$) гистерезиса были получены путем приложения к зонду СЗМ в данной точке кристалла цуга импульсов напряжения (с величиной U_{DC} , меняющейся с задаваемым шагом, длительностью t_p и интервалом Δt между полевыми импульсами). Наблюдаемый $H-U$ гистерезис в силу пропорциональности измеряемого сигнала H пьезоэлектрическому коэффициенту d_{33} для SBN отражает соответствующие зависимости поляризации P [10]. Для измерения кинетики переключения производилась многократная запись субмикродоменов СЗМ-методом. Экспозиционные характеристики площади «одиночных» субмикродоменов $S(t_p)$, как и релаксационные зависимости $S(t)$ (t – время наблюдения) для них, также качественно характеризуют соответствующие зависимости остаточной поляризации P (как плотности поверхностного заряда).

Все PFM-измерения проводились в 3 точках каждого образца, и относительное стандартное отклонение выборки от среднеарифметического значения в серии, характеризующее статистический разброс определяемых параметров не превышало 5% для площади доменов S и сигнала H , 12% для коэрцитивного поля E_c и 20% для времени релаксации τ (из аппроксимации зависимостей $S(t)$ и $H(t)$ функцией $Y = Y_0 \exp(-t/\tau) + Y_r$).

В **главе 3** приводятся результаты исследования сегнетоэлектрических свойств кристаллов SBN различного состава методами СЗМ. Проведено сопоставление наблюдаемой динамики доменов под действием поля СЗМ-зонда с процессами поляризации SBN в однородном макроскопическом поле, изучаемыми в работе. **Раздел 3.1** посвящается исследованию особенностей петель $H-U$ и $P-E$ гистерезиса. В **разделе 3.2** изучается кинетика записи доменов $S(t_p)$ в SBN в поле зонда в сравнении с зависимостями $P(t)$, измеренными на макроуровне. В **разделе 3.3** обсуждаются полученные результаты с точки зрения особенностей релаксорной природы изучаемых кристаллов.

В **разделе 3.1** рассматривается переключение кристаллов SBN на примере анализа локальных петель $H-U$ гистерезиса, измеренных при разных параметрах скважности в последовательности импульсов прикладываемого напряжения. Предварительно полученные в одинаковых условиях $H-U$ петли для кристаллов различных составов выявили последовательное уменьшение величины коэрцитивного поля E_c , определенного из полуширины петель на основе расчета E_z под острием СЗМ-зонда, в ряду SBN-0,61, SBN-Nd и SBN-0,75 (рис. 1, а). Наблюдаемое снижение E_c находится в соответствии с литературными данными, известными на макроуровне, и обусловлено

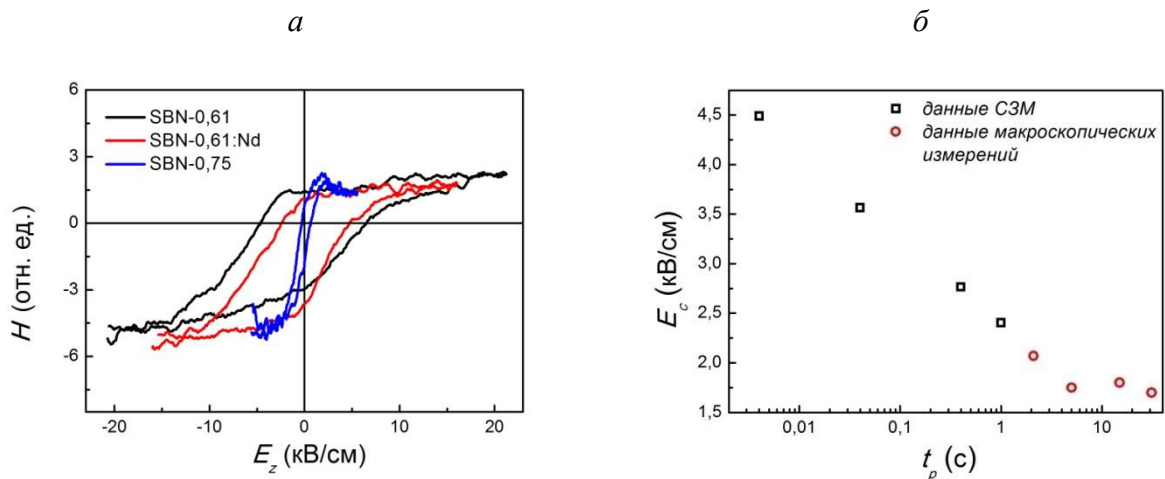


Рис. 1. а – Петли H - E_z гистерезиса для SBN-0,61, SBN-Nd и SBN-0,75 при $t_p = 40$ мс. б – Зависимость коэрцитивного поля E_c кристалла SBN-Nd от длительности импульса поля t_p по данным СЗМ и петель P - E гистерезиса.

уменьшением T_{max} в этом ряду составов [2]. Хорошее количественное согласие величин E_c , определенных СЗМ-методом, и данных макроскопических измерений свидетельствует о применимости используемой модели точечного заряда для расчета E_z под зондом СЗМ и обосновывает справедливость оценок поля в дальнейших экспериментах.

При варьировании длительности полевых импульсов t_p (постоянной в пределах одного цикла измерений петли) при $\Delta t = 1$ мс в измерениях H - U петель, поле E_c для каждого из составов SBN обнаруживает зависимость от t_p : с увеличением последнего оно регулярно уменьшается. В совокупности с данными о E_c из макроскопических петель P - E -гистерезиса, измеренных в работе в квазистатических полях для разных времен выдержки кристалла под полем, было выявлено, что, начиная с определенного значения t_p (~ 10 с для SBN-Nd, в частности) поле E_c выходит на насыщение (рис. 1, б). Обнаруженная низкочастотная дисперсия полей E_c кристаллов SBN ($f = 1/t_p$, $f = 0,033$ -250 Гц) представляется спецификой поляризации релаксорных сегнетоэлектриков.

Исследовалось влияние интервала Δt между полевыми импульсами на характеристики получаемых H - U петель для SBN-0,61. Согласно полученным данным (рис. 2), в диапазоне длительностей t_p , постоянных в серии, от 1 до 1000 мс наблюдается регулярное уменьшение «разворота» петли, т.е. амплитудного значения измеряемого сигнала $\Delta H = H^{max} - H^{min}$, с ростом Δt . Деградация петли с увеличением Δt по мере роста времени выдержки кристалла под полем t_p становится менее выраженной (рис. 2). Кроме того, с ростом интервала Δt при постоянном времени t_p наблюдается регулярное увеличение E_c кристалла. Разумно предположить, что данные эффекты демонстрируют процесс обратного переключения, наблюдаемый в SBN впервые.

Обнаруженные при измерении петель гистерезиса особенности переключения SBN обсуждаются в разделе 3.3 в соответствии с подходом, развиваемым в [11], в терминах «пиннинга» (закрепления) доменных стенок на внутренних полях, случайно распределенных в объеме релаксора в силу его

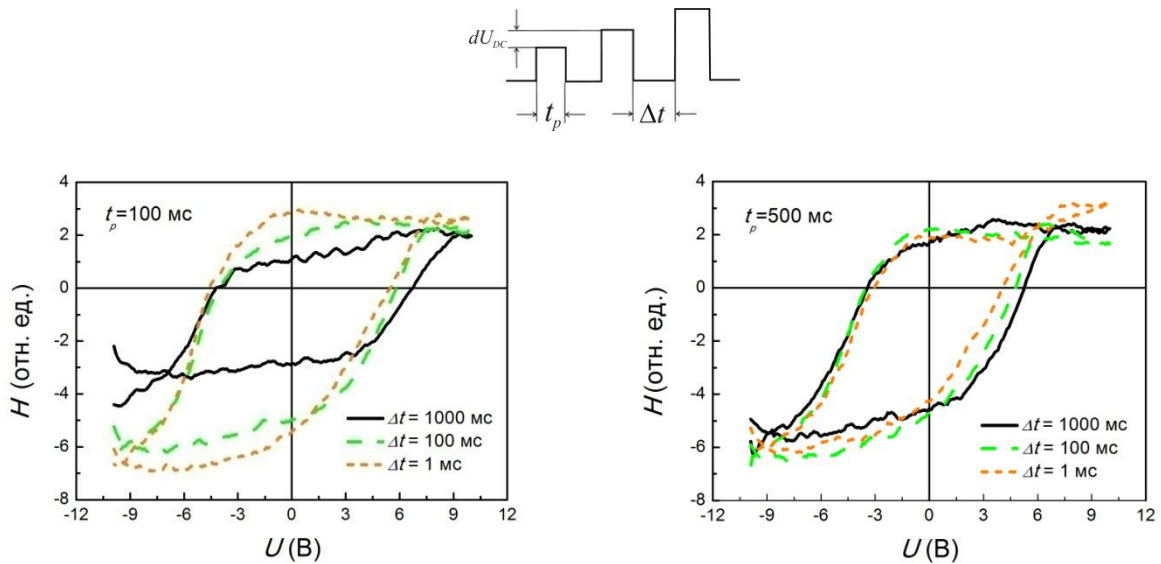


Рис.2. Петли H - U гистерезиса для $SBN-0,61$ в зависимости от Δt (при различных t_p). На вставке – схематическое изображение цуга полевых импульсов.

фундаментальной зарядовой неупорядоченности. Согласно такому сценарию, низкочастотную дисперсию полей E_c и эффект обратного переключения при малых временах выдержки кристалла под полем можно связать с «большими» временами, необходимыми для «депиннинга» доменной стенки при переориентации поляризации в релаксорах. Так называемое «время стабилизации», обеспечивающее устойчивое открепление доменной стенки, согласно нашим измерениям принимает значения в диапазоне $\sim 1-10$ с, что на порядки превышает значения этой величины для модельных сегнетоэлектриков. Кроме того, времена t_p , при которых E_c выходит на квазиравновесное значение (≥ 10 с для $SBN-Nd$, в частности) разумно согласуются с оценкой времени диэлектрической релаксации данного кристалла:

$$\tau_M = \varepsilon \varepsilon_0 / \sigma_d, \quad (1)$$

где σ_d – темновая проводимость, ε – диэлектрическая проницаемость вдоль полярной оси, составляющего порядка 1 мин, что говорит в пользу предположения о подавлении эффектов пиннинга при экранировании случайных полей темновыми носителями. Таким образом, времена пиннинга (депиннинга), определяющие динамику доменов в релаксорах, зависят от соотношения длительности приложения поля t_p и времени диэлектрической релаксации τ_M кристалла.

Следующим этапом в исследовании переключения SBN стало изучение кинетики записи доменов в поле СЗМ-зонда (раздел 3.2), сопоставленной с данными по кинетике поляризации кристалла $P(t)$ в однородном поле. Разрастание доменов при приложении постоянного поля U_{DC} к зонду представляло собой изотропное расширение поляризованной области круглой формы в сечении, т.е. взаимосвязи геометрии приповерхностного домена с тетрагональной симметрией исследуемого кристалла не наблюдалось (вставка на рис. 3, а).

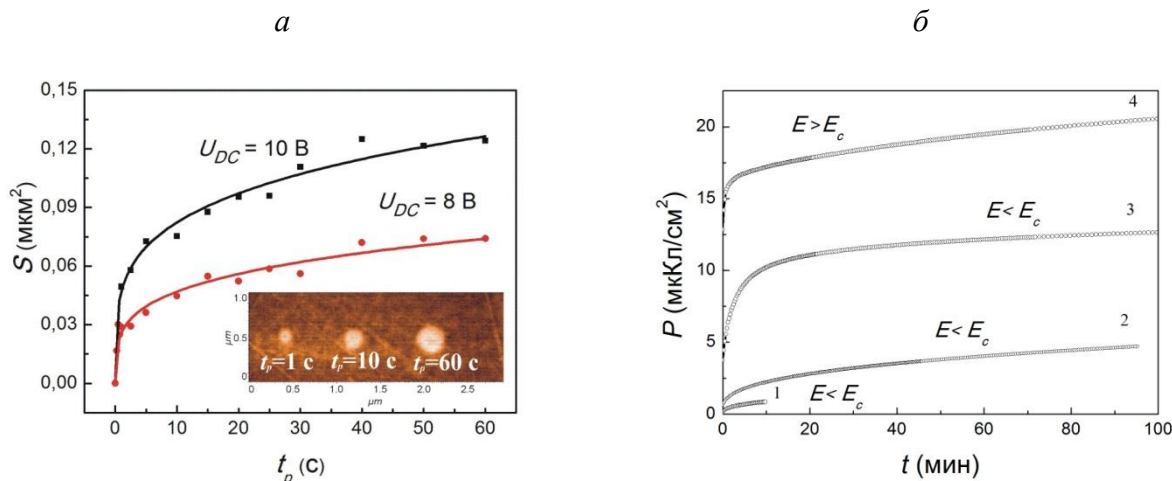


Рис. 3. а – Зависимость площади домена от времени экспозиции напряжения в SBN-Nd для $U_{DC} = 10$ и 8 В (сплошные линии – аппроксимация зависимостей $S(t_p)$ функцией $Y=ax^n$). б – Кинетика поляризации SBN-Nd в постоянных полях E различной величины: $E = 0,5$ кВ/см – (1); 1 кВ/см – (2); 1,28 кВ/см – (3); 2 кВ/см – (4).

Как видно из рис. 3, зависимости площади домена S от времени выдержки кристалла под полем зонда t_p имеют определенное качественное сходство с полученными в работе кривыми поляризации SBN в макроскопическом поле. Под действием поля каждой величины поляризация P так же, как и площадь домена, стремится к некоторому уровню насыщения, определяемому значением E . Кроме того, как видно из рис. 3 (б), особенностью переключения SBN является медленная релаксация поляризации как в полях $E > E_c$, так и $E < E_c$.

С помощью $r_d(t_p)$ была рассчитана средняя скорость, расширения домена для SBN-0,61 ($V_{DW} = \Delta r_{di} / \Delta t_{pi}$, r_d – радиус домена) в зависимости от расстояния r от точки контакта острия зонда с поверхностью (рис. 4, а). Характер этой зависимости обусловлен сильной пространственной

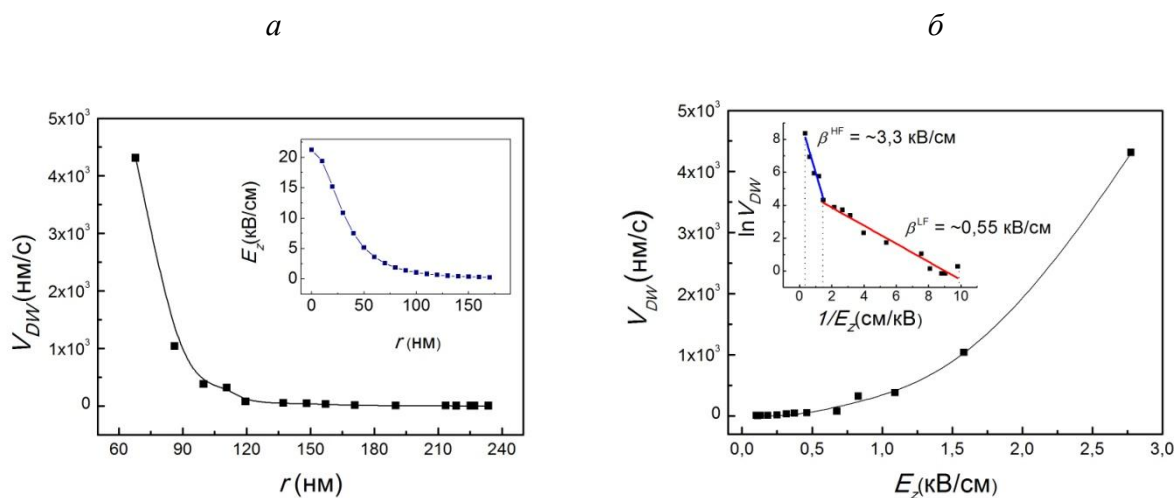


Рис. 4. а – Зависимость скорости бокового движения доменной стенки V_{DW} от расстояния от острия зонда вдоль поверхности образца в SBN-0,61; на вставке – радиальное распределение нормальной компоненты поля E_z под зондом. б – Зависимость V_{DW} от поля под зондом E_z ; на вставке – аппроксимация $V_{DW}(E_z)$ активационным законом.

неоднородностью поля $E_z(r)$ под зондом СЗМ (вставка на рис. 4, а). Претерпевающая существенное замедление на критическом расстоянии от точки контакта с зондом, движение доменной стенки продолжается в полях, существенно, меньших E_c . Это наблюдение представляет собой особенность динамики доменов в релаксоре и дает качественное объяснение процессам поляризации SBN под действием малых однородных полей (при $E < E_c$, рис. 3, б).

Аппроксимация рассчитанной зависимости скорости V_{DW} от поля E_z под зондом (рис. 4, б) активационным законом $V_{DW}(E) = V_\infty \exp(-\beta/E_z)$ (где β – поле активации), описывающим движение доменных стенок в средних полях в модельных сегнетоэлектриках, позволила обнаружить излом вблизи $E \approx 0,5E_c$ с резко различающимися предельными значениями полей активации ($\beta^{HF} = \sim 3,3-3,4$ кВ/см и $\beta^{LF} = \sim 0,55$ кВ/см) в области высоких и низких полей (вставка на рис. 4, б). Это наблюдение указывает на вероятное изменение механизма бокового движения доменной стенки в некотором интервале полей вблизи $E \approx 0,5E_c$. Значение β^{HF} находится в удовлетворительном согласии с величиной поля активации $\beta=5,4$ кВ/см, полученной при измерениях импульсного переключения SBN оптическим методом [12].

Итак, в ходе исследования локальных петель $H-U$ гистерезиса и кинетики роста доменов в SBN был обнаружен ряд особенностей переключения SBN, проявляющихся на субмикроскопическом уровне и установлена корреляция с процессами поляризации этого материала, наблюдаемыми на макроуровне. Полученный материал информативен для понимания специфики динамики доменов в релаксорных системах в целом.

Глава 4 посвящена изучению вопросов временной устойчивости доменных структур в SBN, записываемых в поле СЗМ-зонда. В **разделе 4.1** приводятся данные о влиянии геометрии доменов на их релаксацию. В **разделе 4.2** обсуждаются вопросы температурной устойчивости микродоменов в SBN. В **разделе 4.3** анализируется характер перестройки неравновесных доменов в SBN-Nd в условиях фотовозбуждения.

Исследования закономерностей релаксации доменов, созданных в SBN в поле СЗМ-зонда, показали, что локально переключенные области в SBN нестабильны во времени, демонстрируют зависимость устойчивости от геометрии ансамбля и состава кристалла, а также обнаруживают специфический отклик на внешние воздействия. PFM-визуализация распада точечных доменов, как и двумерных микродоменов, показала, что этот процесс сопровождается снижением измеряемого PFM-контраста, размытием доменных границ и появлением внутри заполяризованной области с течением времени нанодоменов противоположного знака (рис. 5). Учитывая, что рассматриваемые домены не являются сквозными, их распад происходит, по-видимому, в соответствии с распределением потенциального рельефа случайных внутренних полей в объеме кристалла. Флуктуации внутренних полей

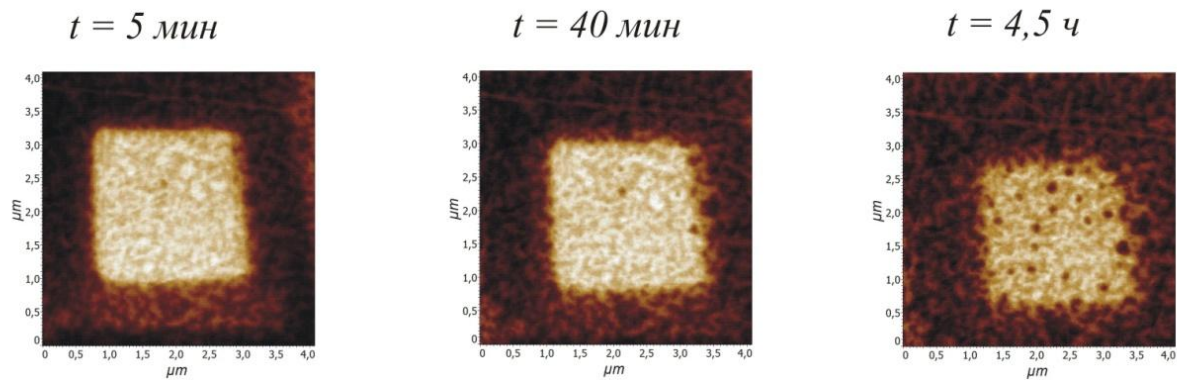


Рис. 5. PFM-изображения микродоменного квадрата, записанного в SBN-0,61 с помощью СЗМ-метода, полученные спустя время t после записи.

способствуют пиннингу отдельных частей домена и появлению нанодоменов с инвертированным направлением поляризации в других областях домена.

Исследования релаксации доменов в зависимости от их геометрии были стимулированы наблюдением, отмеченным ранее в [6] и обнаружившим интересный эффект – резкое возрастание устойчивости 1D- и 2D-доменных структур в SBN по сравнению с пространственно разнесенными точечными доменами. Согласно модели [13], интегральное время жизни неравновесного домена непрерывно увеличивается с ростом его исходного размера. Однако, результаты сравнения релаксации микродоменов в SBN, проведенного в нашей работе, выявили, что домены микроскопического масштаба не обнаруживают такой зависимости и релаксируют сходным образом. Количественная характеристика релаксации точечных субмикродоменов (рис. 6, а) и аппроксимация $S(t)$ функцией:

$$Y = Y_0 \exp(-t/\tau) + Y_r, \quad (2)$$

где τ – время релаксации и Y_r – величина остаточной площади на конечный момент наблюдения, показала, что τ и Y_r увеличиваются с ростом начальной

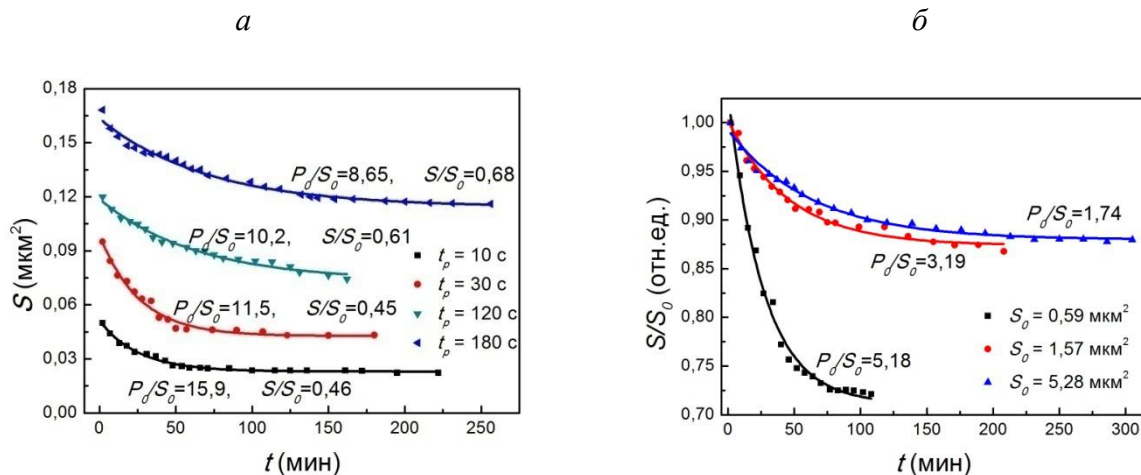


Рис. 6. а – Кинетика распада одиночных субмикродоменов, записанных в SBN-0,61 в поле СЗМ-зонда с различной длительностью импульса t_p и одинаковой величиной поля $U_{DC} = 10$ В (P_0/S_0 – приведенный периметр домена; S/S_0 – относительная остаточная площадь домена). б – Кинетика релаксации квазинепрерывных микродоменных квадратов разной исходной площади в SBN-0,61 ($U_{DC}=10$ В). Сплошные линии – аппроксимация зависимостей функцией (2).

площади домена. Однако, в совокупности с данными о различии в релаксации 1D-структур (доменных «линий»), записанных с разной дискретностью, и данными о релаксации 2D-микродоменов микроскопического масштаба (доменных «квадратов») было выявлено, что главным фактором, определяющим стабильность доменных структур, является не их исходный размер, а приведенный периметр P_0/S_0 (P_0 – исходный периметр одиночного домена или доменного ансамбля), фактически характеризующий поверхностную протяженность доменных границ в расчете на площадь доменного ансамбля: с уменьшением этого параметра стабильность доменов возрастает. С переходом размера домена из субмикро- на микроуровень, с увеличением степени сплошности доменной структуры (уменьшением расстояния между точками записи), а также с ростом размерности квазинепрерывной структуры протяженность доменных границ в расчете на ансамбль сильно падает и резко возросшая устойчивость доменов более не зависит от их исходного размера (рис. 6, б).

Сопоставление кинетики распада одиночных доменов в кристаллах SBN-0,61 и SBN-Nd, при идентичных условиях записи показало, что времена релаксации τ в легированном кристалле более чем в 1,5-2 раза превышает τ для «чистого» кристалла. С учетом различия в значениях диэлектрической проницаемости ϵ и темновой проводимости для кристаллов (σ_d в SBN-Nd более чем на порядок величины превышает таковую в SBN-0,61 в соответствии с литературными данными [4]), время τ_M для SBN-Nd принимает значение, в 6-7 раз меньшее характерного для SBN-0,61. В связи с этим более медленная релаксация доменов в легированном кристалле может быть обусловлена более эффективным экранированием поляризованной области в нем, что открывает путь к увеличению устойчивости записываемых доменных структур в SBN за счет добавления примесей редкоземельных металлов. Роль проводимости в определении устойчивости записываемых доменов в SBN-Nd также была проанализирована в условиях фотовозбуждения в эксперименте по освещению кристалла УФ-излучением (раздел 4.3).

Было исследовано влияние температурного отжига на динамику записываемых доменов в SBN (раздел 4.2). В качестве объекта изучения была выбрана периодическая знакопеременная доменная структура (рис. 7, а), созданная в SBN-0,61. Динамику доменов анализировали при $T = 29^\circ \text{C}$ путем оценки изменения доменной плотности в пределах полос одного знака (в частности, с поляризацией $-P_s$, «светлых областей») после отжига в течение 90 мин при температурах в интервале от $T = 29^\circ \text{C}$ до 110°C ($\approx T_C + 30^\circ \text{C}$, где температура Кюри $T_C \approx T_{max}$) (рис. 7, д). Как видно из рис. 7 (в) даже после длительного отжига при 110°C в пределах заполяризованной области кристалла сохраняется определенная величина остаточной поляризации, отличная от среднего уровня поляризации полидоменного фона (периодическая модуляция PFM-сигнала). Согласно литературным данным [8], вплоть до так

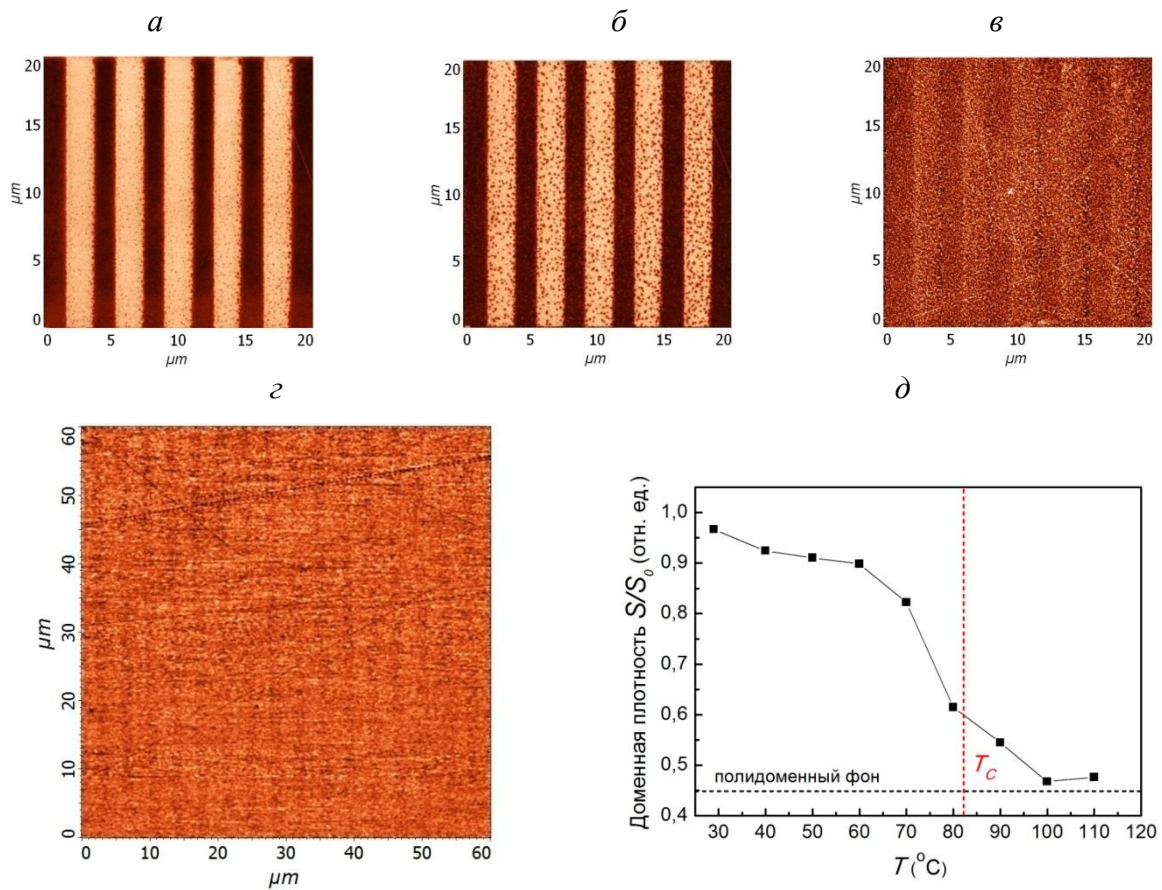


Рис. 7. PFM-изображения микродоменной знакопеременной структуры (с периодом 3,64 мкм) в SBN-0,61, полученные при $t=29^\circ\text{C}$ после выдержки кристалла в течение 90 мин при различных температурах (а – 29°C , б – 50°C , в – 110°C) и 30 мин при 300°C (г). Температурная динамика доменной плотности в пределах «светлых полос» микродоменной решетки (д).

называемой температуры Бернса T_B , на несколько сотен градусов превышающей T_C ($\approx 300^\circ\text{C}$ для SBN-0,61 [8]), в парафазе релаксорных сегнетоэлектриков при сохранении общей симметрии существуют полярные кластеры нанометрового масштаба в силу зарядовой неупорядоченности кристаллов на локальном уровне. Таким образом, силы пиннинга благодаря флуктуациям случайных полей, имеющимся в кристалле при высоких температурах, предотвращают полное «стирание» записанной структуры при отжиге выше T_C вплоть до T_B (рис. 7, г). Это наблюдение принципиально отличается от характера температурной динамики доменов модельных сегнетоэлектриков, в которых после отжига в параэлектрической фазе наведенная полем поляризация исчезает.

В разделе 4.3 анализируются процессы перестройки неравновесных доменов, созданных в SBN-Nd в поле зонда СЗМ, в условиях фотоиндуцирования проводимости после освещения кристалла в области ближнего УФ-излучения ($\lambda=365$ нм, на краю собственного поглощения кристалла). Сопоставление результатов исследования кинетики «темновой» релаксации доменов и доменов, освещенных сразу же после записи, показали, что воздействие излучения в течение 5 мин и более стабилизирует $-P_s$ -домены

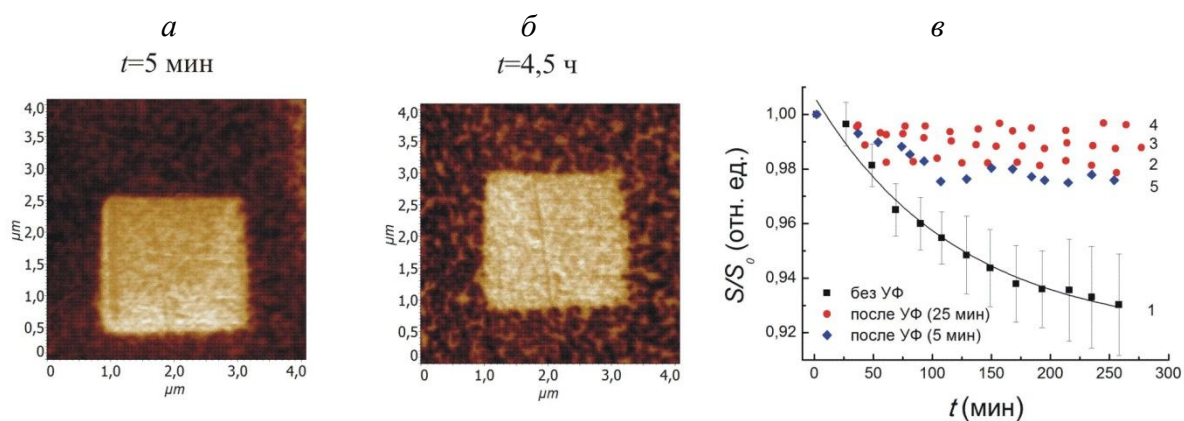


Рис. 8. PFM-изображения $-P_s$ -домена в SBN-Nd непосредственно после записи (а) и после воздействия УФ-излучением (25 мин после записи) спустя 4,5 ч наблюдения (б). в – Кинетика распада $-P_s$ -микродоменов, не подвергавшихся освещению (1), освещенных в течение 25 мин (2-4) и 5 мин (5). Сплошная линия – аппроксимация зависимости функции (2).

(записанные напряжением $+U_{DC}$) (рис. 8). В этом случае образование нанодоменов противоположного знака внутри заполяризованной области, характерное для распада доменов в отсутствие освещения (рис. 5), не наблюдается за все время измерения (4,5 ч) (рис. 8, а, б), а относительное уменьшение исходной площади домена в процессе релаксации сокращается с $\sim 5-12\%$ до $\sim 1-2\%$ (рис. 8, в).

С учетом уменьшения длины экранирования Дебая $l_{кр}$ за счет появления дополнительного вклада компенсирующих зарядов при фотоиндуцировании проводимости [14] стабилизация $-P_s$ -доменов под действием УФ-излучения может быть вызвана реализацией их полного экранирования в результате освещения. Кроме того, замедление полидоменизации $-P_s$ -доменов может быть связано с компенсацией внутренних случайных полей кристалла, способствующих релаксации локально переключенных областей в кристалле, с помощью неравновесных носителей при освещении. Отсутствие эффекта повышения устойчивости для $+P_s$ -доменов (записанных напряжением $-U_{DC}$) при воздействии излучением, наблюдаемое в работе, обусловлено, по-видимому, исходной униполярностью исследуемого образца, а также возможным значительным отличием его глубины от $l_{кр}$ при освещении. Изучение кинетики распада доменов в зависимости от их глубины при воздействии освещения требует проведения дальнейших исследований.

Глава 5 посвящена исследованию ГВГ на доменных решетках, записанных в SBN в поле зонда СЗМ, путем квазисинхронного преобразования частоты лазера. Для выполнения данной задачи в SBN-0,61 была создана полосчатая структура из антипараллельных доменов, представляющая собой нелинейную решетку с модулированным знаком квадратичной восприимчивости $\chi^{(2)}$, с периодом, необходимым для удвоения частоты Ti-сапфирового лазера ($\lambda_\omega = 800$ нм) при условии выполнения фазового квазисинхронизма (QPM) для фундаментальной k_ω и преобразованной волн $k_{2\omega}$:

$$k_{2\omega} = 2k_\omega + mQ, \quad (3)$$

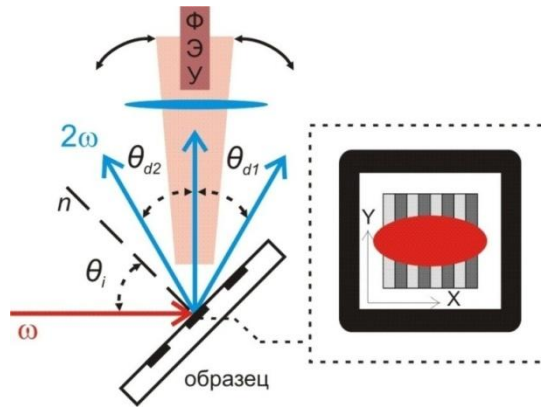


Рис. 9. Схема оптического эксперимента по нелинейной дифракции монохроматической волны с частотой ω на микродоменной решетке, изображенной на вставке (ФЭУ – фотозлектронный умножитель).

где k_ω и $k_{2\omega}$ – волновые вектора первой и второй гармоник лазера, Q – вектор обратной нелинейной решетки с модулем $Q = 2\pi/d$, $m = \pm 1, \pm 2$ и т.д., для случая используемых в эксперименте углов падения волны накачки θ_i . Для исследования записанных микродоменных решеток на предмет к ГВГ был выбран метод нелинейной дифракции. Поскольку исследуемые РДС приповерхностные и записывались в исходно полидоменном кристалле, нелинейно-оптические измерения проводились в геометрии на отражение (рис. 9). Трудность в фокусировке волны накачки на структуру в силу ее малых размеров решалась путем нанесения на кристалл оптически непрозрачных металлических (Cr) рамок с последующей записью структур внутри металлических окон. Записанная РДС сохранялась в кристалле в течение длительного периода наблюдений (3 месяца) (рис. 10, а, б). Согласно полученной кинетике релаксации PFM-сигнала за время измерений, равное 8 дням, после значительного уменьшения сигнала H в течение короткого промежутка времени (нескольких часов) пьезоэлектрический контраст полос практически не менялся (рис. 10, в).

При всех используемых углах θ_i ($30^\circ - 60^\circ$) падения лазерного излучения на исследуемую структуру наблюдалась характерная картина распределения $I_{2\omega}$, состоящая из нулевого центрального максимума и двух боковых максимумов первого порядка (рис. 11, а). В случае падения лазерного луча на область вне

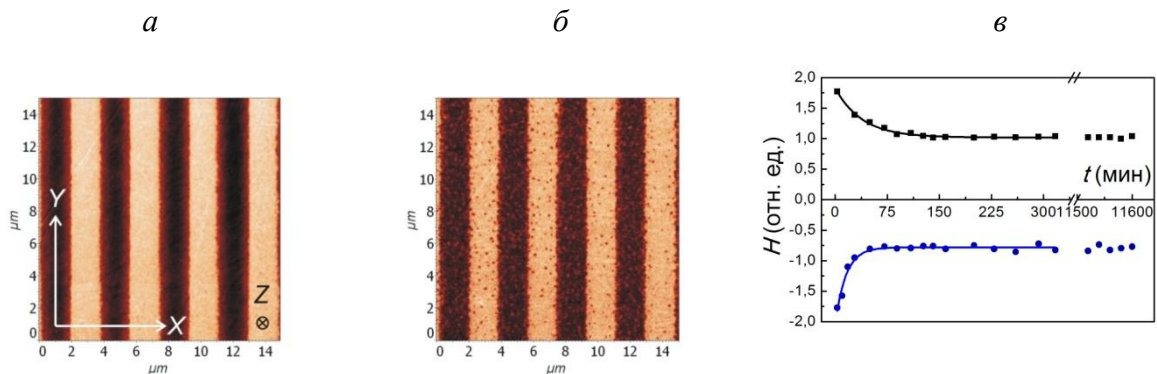


Рис.10. PFM-изображения участка доменной решетки, записанной в SBN-0,61 с помощью СЗМ-метода, полученные спустя 5 мин (а) и 3 месяца (б) после записи. в – Кинетика релаксации сигнала H , усредненного вдоль «темных» $+P_s$ (синие кружки) и «светлых» $-P_s$ (черные квадраты) полос участка доменной решетки, соответственно.

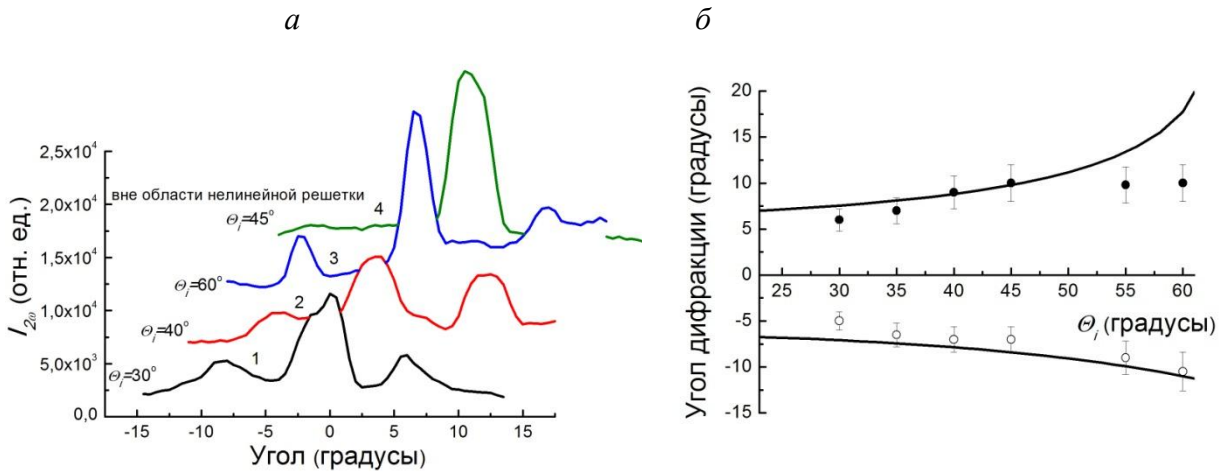


Рис. 11. а – Угловая зависимость интенсивности второй гармоники $I_{2\omega}$ для различных углов падения θ_i (кривые 1-3) при ГВГ на РДС в SBN-0,61; кривая 4 получена при падении фундаментального излучения на кристалл вне доменной решетки. б – Угловые положения дифракционных максимумов $I_{2\omega}$ первого порядка θ_{d1} и $(-\theta_{d2})$ (относительно нулевого максимума) в зависимости от угла падения фундаментального излучения θ_i при ГВГ на РДС в SBN-0,61. Сплошные линии – аппроксимация функцией (4).

диагностируемой структуры на зависимости $I_{2\omega}(\theta_d)$ наблюдался только нулевой максимум (кривая 4, рис. 11, а). Угловые положения максимумов первого порядка обнаружили зависимость от угла падения волны накачки (рис. 11, б). Необходимо отметить, что в случае падения фундаментального излучения в направлении, отличном от нормального по отношению к границам антипараллельных доменов, квазисинхронное преобразование частоты происходит в неколлинеарной геометрии, что требует выполнения условия QPM в проекции волновых векторов гармоник на вектор нелинейной решетки и определяет соответствующий угол дифракции преобразованного излучения на нелинейной модулированной структуре. В нашем случае выражение (3) принимает вид $k_{2\omega x} = 2k_{\omega x} \pm Q$, и положения дифракционных максимумов θ'_d относительно нормали к поверхности задаются выражением:

$$d(\sin \theta_i - \sin \theta'_d) = \pm \lambda_{2\omega} \quad (4).$$

Согласно рис. 11 (б) в используемом диапазоне θ_i максимумы второй гармоники довольно хорошо соответствуют расчетным значениям для структуры с заданным периодом. Некоторое расхождение положений дифракционных максимумов с теоретическими значениями и их размытость обусловлены, по-видимому, несовершенством РДС (расплывчатостью доменных границ, малой толщиной по сравнению с толщиной всего образца и неоднородностью профиля распределения $\chi^{(2)}$ по глубине), в силу чего она характеризуется не единственным вектором Q , а дисперсией векторов обратной решетки. Таким образом, несмотря на то, что для подобной приповерхностной неоднородной по глубине РДС сложно ожидать очень интенсивную, когерентную ГВГ, возрастание интенсивности $I_{2\omega}$ на углах, удовлетворяющих условию (4), говорит о том, что записанная РДС действительно проявляет себя как одномерная нелинейная дифракционная решетка.

Центральный пик интенсивности ВГ, наблюдаемый на угловом распределении $I_{2\omega}$ как при падении фундаментального излучения на доменную решетку, так и вне ее, по-видимому, является следствием ГВГ на длине когерентности. Относительно высокий фоновый пологий сигнал $I_{2\omega}$, также присущий всем дифракционным картинкам, может быть вызван, в свою очередь, диффузной ГВГ от неупорядоченной доменной структуры в объеме кристалла.

Полученные результаты по реализации ГВГ на микродоменной решетке в кристалле SBN позволяют заключить, что данный материал представляется удобной лабораторной базой исследования преобразования частоты лазерного излучения в нелинейных фотонных кристаллах. Кроме того, проведенные исследования ГВГ на планарных периодически поляризованных структурах в геометрии на отражение впервые проиллюстрировали возможность использования нелинейной дифракции в качестве неразрушающего метода для исследования тонких несквозных нелинейно-оптических систем.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

По итогам проведенных исследований в **заключении** данной работы были сделаны следующие основные **выводы**:

1. Процессы сегнетоэлектрического переключения кристаллов SBN под действием поля зонда СЗМ обнаруживают ряд отличий от переполаризации модельных сегнетоэлектриков и коррелируют с процессами поляризации SBN, наблюдаемыми макроскопическими методами.
 - 1.1. Совокупность микро- и макроскопических измерений петель сегнетоэлектрического гистерезиса выявляет регулярное уменьшение коэрцитивных полей E_c кристаллов SBN с уменьшением частоты переключающего поля.
 - 1.2. Впервые установлена зависимость локальных петель пьезоэлектрического гистерезиса от скважности в последовательности импульсов поля СЗМ-зонда, демонстрирующая специфику эффекта обратного переключения в SBN как релаксорном сегнетоэлектрике.
Проявление эффектов низкочастотной дисперсии полей E_c и обратного переключения указывает на влияние пиннинга доменных стенок на сегнетоэлектрическое переключение в релаксорах.
 - 1.3. Показано, что поляризация SBN под полем зонда СЗМ, подобно переключению под действием однородного макроскопического поля, носит медленный термоактивационный характер с выходом на уровень насыщения, определяемый величиной приложенного поля. Установлено изменение механизма бокового движения доменной стенки во внешнем поле вблизи $E \approx 0,5E_c$.
2. Исследование регулярных доменных структур, созданных с периодом $d = 3,64$ мкм в поле зонда СЗМ в кристалле SBN, методом нелинейной дифракции в геометрии на отражение впервые показало, что планарные

микродоменные структуры в SBN проявляют себя как нелинейные дифракционные решетки. Полученные зависимости положений дифракционных максимумов интенсивности излучения фемтосекундного Ti-сапфирового лазера ($\lambda_0 = 800$ нм), преобразованного во вторую гармонику, от угла падения фундаментального излучения соответствуют условию квазисинхронизма в неколлинеарной геометрии для структуры с заданным периодом, что свидетельствует о реализации нелинейного преобразования излучения на записанных доменных структурах.

3. Проанализирован характер релаксации одиночных доменов и доменных структур, созданных методом СЗМ в кристаллах SBN, во времени. Выявлена специфика распада доменов в зависимости от геометрии доменного ансамбля, состава кристалла и применения внешних воздействий.
 - 3.1. Устойчивость доменов в SBN определяется геометрическим фактором, характеризующим протяженность доменных границ в расчете на площадь доменной структуры: с уменьшением данного параметра стабильность доменов субмикронного масштаба возрастает.
 - 3.2. Изменение проводимости кристаллов SBN путем легирования или фотовозбуждения при воздействии на кристалл УФ-излучением оказывает значительное влияние на характеристики распада доменов в данном материале, что указывает на роль процессов экранирования в определении устойчивости доменов в SBN.
 - 3.3. Обнаруженная стабильность микродоменных структур по отношению к отжигу при температуре, существенно превышающей температуру фазового перехода ($T \gg T_{fn}$) демонстрирует фундаментальное отличие температурной динамики доменов в SBN от характера изменения поляризации с температурой в модельных сегнетоэлектриках.
4. Доказана применимость модели полубесконечного анизотропного диэлектрика в поле внешнего точечного заряда для расчета поля E_z под острием СЗМ-зонда на основе сопоставления данных наноскопических и макроскопических измерений коэрцитивных полей кристаллов SBN.

Список цитируемой литературы

1. Бломберген Н. Нелинейная оптика. Пер. с англ. / Под ред. С.А. Ахманова и Р.В. Хохлова. М.: Мир. 1966. 424 с.
2. Кузьминов Ю.С. Сегнетоэлектрические кристаллы для управления лазерным излучением. М.: Наука. 1982. 400 с.
3. Tunyagi A.R., Ulex M., Betzler K. Non-collinear optical frequency doubling in Strontium Barium Niobate. // *Phys. Rev. Lett.* 2003. Vol. 90. P. 243901-243904.
4. Kholkin A., Kalinin S., Rölofs A. and Gruverman A. Review of ferroelectric domain imaging by piezoresponse force microscopy / *Scanning Probe Microscopy*. ed. S. Kalinin and A. Gruverman // New York: Springer. 2007. P. 173–214.
5. Гайнутдинов Р. В., Волк Т. Р., Толстихина А. Л., Ивлева Л. И. Создание микродоменов в атомном силовом микроскопе в сегнетоэлектрических кристаллах ниобата бария–стронция // *Письма в ЖЭТФ*. 2007. Т. 86, Вып. 4. С. 299–303.
6. Gainutdinov R.V., Volk T.R., Lysova O.A., Razgonov I.I., Tolstikhina A.L., L.I. Ivleva. 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.
7. Гладкий В.В., Кириков В. А., Волк Т. Р., Ивлева Л. И. Особенности кинетики поляризации релаксорного сегнетоэлектрика // *ЖЭТФ*. 2001. Т. 120. Вып. 3. С. 678-687.
8. Bhalla A. S., Guo R., Cross L. E., Burns G., Dacol F. H., Neurgaonkar R. Measurements of strain and the optical indices in the ferroelectric $\text{Ba}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{Nb}_2\text{O}_6$: Polarization effects // *Phys. Rev. B*. 1987. Vol. 36. №4. P. 2030-2035.
9. G. Rosenman, P. Urenski, A. Agronin, Y. Rosenwaks, M. Molotskii. Submicron ferroelectric domain structures tailored by high voltage scanning probe microscopy // *Appl. Phys. Lett.* 2003. Vol.82, №1. P.103 - 105.
10. Анкудинов А.В., Титков А.Н. Атомно-силовая микроскопия поляризационных доменов в сегнетоэлектрических пленках // *ФТТ*. 2005. Т. 47. с. 1110.
11. W. Kleemann. The relaxor enigma - charge disorder and random fields in ferroelectrics // *Journal of Materials Science*. 2006. Vol. 41. P. 129–136.
12. T.R. Volk, D. Isakov, N. Ivanov, L.I. Ivleva, K. Betzler, A. Tunuagi, M. Woehlecke. Study of ferroelectric domain switching by domain wall induced light scattering. // *J. Appl. Phys.* 2005. Vol. 97. P. 074 102.
13. M. I. Molotskii, M. M. Shvebelman. Decay of ferroelectric domains formed in the field of an atomic force microscope. // *J. Appl. Phys.* 2005. Vol. 97. P. 084111 (1-6).
14. В.М. Фридкин. Сегнетоэлектрики-полупроводники. М.: Наука. 1976. 408 стр.

ОСНОВНЫЕ НАУЧНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Статьи:

1. **Simagina L.V.**, Volk T.R., Gaynutdinov R.V., Lysova O.A., Tolstikhina A.L., Ivleva L. I. Specific features of 1D and 2D domain pattern stability recorded in strontium-barium niobate by atomic force microscope. // *Integrated Ferroelectrics*. 2009. Vol.109. P.36-47.
2. Volk T.R, **Simagina L.V.**, Gainutdinov R.V., Tolstikhina A.L., Ivleva L.I. Ferroelectric microdomains and microdomain arrays recorded in strontium–barium niobate crystals in the field of atomic force microscope. // *Journal of Applied Physics*. 2010. Vol. 108. P. 042010 (1-8).
3. **Simagina L.V.**, Mishina E.D., Semin S.V., Ilyin N.A., Volk T.R., Gainutdinov R.V., Ivleva L.I. Second harmonic generation in microdomain gratings fabricated in strontium-barium niobate crystals with an atomic force microscope. // *Journal of Applied Physics*. 2011. Vol.110. P.052015 (1-5).
4. Волк Т.Р., **Симагина Л.В.**, Гайнутдинов Р.В., Иванова Е.С., Ивлева Л.И., Митько С.В. Исследование сегнетоэлектрических свойств кристаллов ниобата бария-стронция методом сканирующей зондовой микроскопии. // *Физика твердого тела*. 2011. Т.53, вып.12. С.2345-2351.
5. T.R. Volk, R.V. Gainutdinov, Y.V. Bodnarchuk, **L.V. Simagina**, E.D. Mishina, N.A. Ilyin, V.V. Artemov, L.I. Ivleva. Microdomain Arrays Fabricated in Strontium-Barium Niobate Crystals by Microscopic Methods. // *Ferroelectrics*. 2013. Vol.442. P.63-73.

Список работ, опубликованных в материалах конференций:

1. Volk T.R., **Sargosh L.V.**, Gaynutdinov R.V., Lysova O.A., Tolstikhina A.L., Ivleva L.I. Recording and investigation of 1D and 2D domain structures in strontium-barium niobate with help of atomic force microscope. // *Functional materials and nanotechnologies 2009 (FM&NT)*. Institute of solid State Physics University of Latvia. Riga, Latvia. 31 march-3 april 2009. Book of Abstracts. P.194.
2. **Симагина Л.В.**, Волк Т.Р., Гайнутдинов Р.В., Лысова О.А., Толстихина А.Л., Ивлева Л.И. Особенности релаксации 1D- и 2D-доменных структур, записанных в кристаллах ниобата бария-стронция. // XIII Международный симпозиум "Нанопизика и наноэлектроника". Нижний Новгород. 15-19 марта 2010. Тезисы докладов. С.539-540.
3. **Симагина Л.В.**, Гайнутдинов Р.В., Лысова О.А., Волк Т.Р., Толстихина А.Л., Ивлева Л.И. Запись и исследование регулярных микродоменных структур в чистых и легированных кристаллах ниобата бария-стронция методом СЗМ. // XXIII Российская конференция по электронной микроскопии (РКЭМ 2010). Черноголовка. 31 мая - 4 июня 2010. Тезисы докладов. С.158.
4. **Simagina L.V.**, Gaynutdinov R.V., Volk T.R., Lysova O.A., Tolstikhina A.L., Ivleva L.I. Microdomain growth and decay kinetics in strontium-barium niobate crystals studied by scanning probe microscopy.// 19 International Symposium on

- the Applications of Ferroelectrics. 10 European Conference on the Applications of Polar Dielectrics. Edinburgh, UK. 9-12 August 2010. Book of Abstracts. P.128.
5. Иванова Е.С., Гайнутдинов Р.В., **Симагина Л.В.**, Волк Т.Р., Ивлева Л.И. Процессы поляризации в релаксорном сегнетоэлектрике SBN-Nd. // XIV Национальная конференция по росту кристаллов (НКРК-2010). Москва, ИК РАН. 6-10 декабря 2010. Тезисы докладов С.156.
 6. **Симагина Л.В.**, Гайнутдинов Р.В., Лысова О.А., Волк Т.Р., Толстихина А.Л., Ивлева Л.И. Изучение сегнетоэлектрического переключения в кристаллах $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$ ниобата бария стронция на наноскопическом уровне. // XVII Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел. Черногловка. 30 мая-3 июня 2011. Тезисы докладов. С.103.
 7. **Симагина Л.В.**, Гайнутдинов Р.В., Волк Т.Р., Лысова О.А., Толстихина А.Л., Ивлева Л.И. Особенности динамики сегнетоэлектрических доменов в кристаллах ниобата бария стронция в поле сканирующего зондового микроскопа. // XV Международный симпозиум "Нанозфизика и нанозлектроника". Нижний Новгород. 14-18 марта 2011. Тезисы докладов. С. 576-577.
 8. E.S.Ivanova, R.V.Gainutdinov, **L.V.Simagina**, T.R.Volk. Polarization Process in Relaxor Ferroelectric $Sr_{0.61}Ba_{0.39}Nb_2O_6:Nd$ -crystals Studied by Micro- and Macroscopic Methods. // 12th European meeting on ferroelectricity. Bordeaux, France. 26 June – 1 July 2011. Book of Abstracts.
 9. **Л.В. Симагина**, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк, И.Д. Мишина, С.В. Семин, Н.А. Ильин, А.Л. Толстихина, Л.И. Ивлева. Генерация второй гармоники на микродоменных структурах, записанных в кристаллах $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$ методом атомно-силовой микроскопии. // XXIV Российская конференция по электронной микроскопии (РКЭМ 2012). Черногловка. 2012. Тезисы докладов. С. 246-247.
 10. **Л.В. Симагина**, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк, И.Д. Мишина, С.В. Семин, И.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 зависимость. // XVII Международный симпозиум "Нанозфизика и нанозлектроника". Нижний Новгород. 11-15 марта 2013 г. Тезисы докладов. Том 1, с. 206 - 207.
 11. R.V. Gainutdinov, 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 of strontium-barium niobate crystals. // 13 th International Meeting on Ferroelectricity. Katowice – Krakow, Poland. 2-6 September 2013. Book of abstracts. P.192.
 12. **Л.В. Симагина**, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк, И.Д. Мишина, С.В. Семин, А.Л. Толстихина, Л.И. Ивлева. Особенности записи и динамики сегнетоэлектрических микродоменных структур в кристаллах ниобата бария-стронция, предназначенных для преобразования лазерного излучения. //

XXVI Российская конференция по электронной микроскопии (РКЭМ).
Зеленоград. 30 мая-3июня 2016. Тезисы докладов. Том 1, с. 286-287.