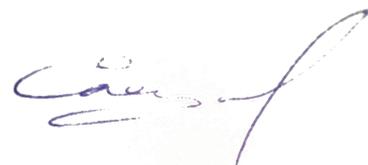


Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи



**СЛАУТИН Борис Николаевич**

**ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРНЫХ ЭФФЕКТОВ И ЭВОЛЮЦИИ  
ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ПЕРЕКЛЮЧЕНИИ  
ПОЛЯРИЗАЦИИ В КРИСТАЛЛАХ НИОБАТА ЛИТИЯ**

1.3.8. Физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2022

Работа выполнена на кафедре физики конденсированного состояния и наноразмерных систем Института естественных наук и математики ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор  
**Шур Владимир Яковлевич**

Официальные оппоненты: **Анкудинов Александр Витальевич**,  
доктор физико-математических наук,  
ФГБУН Физико-технический институт  
им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
г. Санкт-Петербург, ведущий научный сотрудник  
лаборатории физико-химических свойств полупроводников;

**Миронов Виктор Леонидович**,  
доктор физико-математических наук,  
Институт физики микроструктур РАН – филиал  
ФГБНУ «Федеральный исследовательский центр  
Институт прикладной физики Российской академии  
наук», г. Нижний Новгород, ведущий научный со-  
трудник отдела магнитных наноструктур;

**Сидоркин Александр Степанович**,  
доктор физико-математических наук,  
ФГБОУ ВО «Воронежский государственный уни-  
верситет», профессор кафедры экспериментальной  
физики физического факультета.

Защита состоится «23» сентября 2022 г. в 17:00 на заседании диссертационного совета **УрФУ 1.3.02.06** по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=3770>

Автореферат разослан «    » 2022 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета

Ищенко Алексей Владимирович

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы исследования

Ниобат лития  $\text{LiNbO}_3$  (LN) является одним из наиболее широко используемых сегнетоэлектриков, так как обладает уникальным набором пирозлектрических, пьезоэлектрических, электрооптических и нелинейно-оптических свойств, а также имеет широкое окно пропускания в видимой части спектра, что обеспечивает его применение в фотонике и нелинейной оптике. Создание в кристаллах стабильных регулярных доменных структур (РДС) с воспроизводимостью периода порядка 20 нм позволяет реализовать условие фазового квази-синхронизма [1], что обеспечивает генерацию второй гармоники и параметрическую генерацию света с рекордной эффективностью [2]. Кристаллы LN с РДС получили широкое распространение для создания преобразователей длины волны излучения [3]. Важно отметить, что создание периодически поляризованного LN с субмикронными периодами позволит реализовать параметрическую генерацию света обратной волны [4]. В последние годы удалось методом температурного скола после ионной имплантации («ion-slicing») получить субмикронные монокристаллические пленки LN на изолирующей подложке с подслоем  $\text{SiO}_2$  (LNOI) [5]. Большая разница показателей преломления в LN и  $\text{SiO}_2$  делает LNOI перспективной структурой для использования в микрофотонике и интегральной оптике [6]. На основе LNOI созданы прототипы высокоэффективных волноводов, высокоскоростных электро- и акустооптических модуляторов, кольцевых и дисковых оптических резонаторов, нелинейных преобразователей длины волны излучения [6,7]. Широкие перспективы применения тонких пленок LN, а также высокие требования к однородности доменной структуры требуют изучения влияния размерного эффекта на кинетику доменов. Поэтому детальное исследование особенностей кинетики доменной структуры в тонких пленках LN имеет важное значение для развития методов доменной инженерии и создания РДС в тонких пленках LN.

### Степень разработанности темы исследования

Исследование влияния уменьшения толщины образца на свойства сегнетоэлектриков в тонких поликристаллических пленках [8] позволило выявить значительное уменьшение диэлектрической проницаемости, спонтанной поляризации и пьезоэлектрического коэффициента [9].

Для создания РДС в тонких пленках LN обычно используют металлические электроды на полярной поверхности или встречно-штыревые электроды в пленках с неполярной ориентацией [10]. Продемонстрирована возможность создания РДС с периодами вплоть до 600 нм в волноводе, изготовленном на базе LNOI [11]. Для дальнейшего уменьшения периодов и улучшения однородности параметров РДС требуется детальное исследование кинетики доменов в пленках LN.

Показано, что локальное переключение поляризации методами сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) позволяет создавать полосовые домены в пленках в LNOI [12]. Однако результаты предварительных исследований роста и стабильности создаваемых доменов во многом противоречивы, что делает актуальным детальное комплексное исследование эволюции доменных структур в тонких пленках LN при локальном переключении.

**Цель работы** – исследование особенностей эволюции изолированных доменов и формирования доменных структур при локальном переключении поляризации с

помощью зонда сканирующего зондового микроскопа в тонких пленках LN, а также создание стабильных регулярных доменных структур с субмикронными периодами.

Для реализации поставленной цели были сформулированы следующие **основные задачи:**

1. Исследовать эволюцию изолированных доменов при локальном переключении в тонких монокристаллических пластинах и тонких пленках ниобата лития с полярной ориентацией.
2. Изучить влияние влажности на кинетику роста и форму доменов, образующихся при локальном переключении в тонких монокристаллических пластинах и тонких пленках ниобата лития с полярной ориентацией.
3. Исследовать формирование изолированных клиновидных и гребенчатых доменов при локальном переключении в монокристаллических пластинах и тонких пленках ниобата лития с неполярной ориентацией.
4. Изучить переход между основными стадиями эволюции доменной структуры в процессе переключения от прямого прорастания к боковому движению доменных стенок на примере роста изолированного клиновидного домена к полосовому заземленному электроду в тонких пленках ниобата лития с неполярной ориентацией.
5. Разработать методы создания регулярных стабильных полосовых регулярных доменных структур с субмикронными периодами в тонких пленках ниобата лития.

#### **Объекты исследования.**

Исследовалась эволюция изолированных доменов, а также формирование РДС в пластинах ниобата лития толщиной 500 и 20 мкм и в пленках толщиной 300 и 700 нм в LNOI с полярной и неполярной ориентацией. Изучались два типа LNOI с полярной ориентацией: 1) с электродом, 2) с диэлектрическим слоем и электродом.

#### **Научная новизна** работы заключается в следующем:

1. Впервые проведено комплексное исследование формирования и роста изолированных доменов при локальном переключении в монокристаллических пленках LN с полярной ориентацией и выявлены отличия в кинетике и форме доменов на поверхности и в объеме от результатов локального переключения на полярных срезах в пластинах LN.
2. Впервые выявлен механизм роста изолированных доменов за счет коррелированного зародышеобразования при локальном переключении в пленках LN с искусственным диэлектрическим слоем.
3. Впервые обнаруженные эффекты: ускорение роста доменов в пленках LN и замедление роста в пластинах LN и в пленках LN с диэлектрическим слоем при увеличении относительной влажности, объяснены за счет делокализации поля, вызванной образованием водного мениска в точке контакта зонд-образец.
4. Впервые обнаруженные качественные различия между формой и кинетикой роста изолированных доменов в монокристаллических пленках и пластинах LN с неполярной ориентацией отнесены за счет повышенной объемной проводимости, вызванной облучением ионами при создании пленок.
5. Обнаружен и объяснен эффект самоорганизованного формирования гребневых доменов с упорядоченным чередованием длины зубцов и кратным увеличением пространственного периода до восьми раз при сканировании проводящим зондом

СЗМ с постоянным напряжением в пленках LN с неполярной ориентацией.

6. Впервые разработаны методы локального переключения проводящим зондом СЗМ, позволившие создать стабильные регулярные структуры полосовых доменов с периодами до 200 нм, в пленках LN с полярной и неполярной ориентацией.

#### **Теоретическая значимость проведенных исследований.**

1. Впервые выявленный аномальный рост изолированных доменов при локальном переключении в пленках LN с искусственным диэлектрическим слоем отнесен за счет коррелированного зародышеобразования.
2. Наблюдаемое различие влияния относительной влажности на кинетику роста доменов в пластинах и тонких пленках ниобата лития объяснено делокализацией электрического поля, вызванной образованием водного мениска в точке контакта зонд-образец.
3. Формирование заряженных доменных стенок с аномально большим отклонением от полярного направления в тонких пленках объяснено за счет эффективного объемного экранирования, вызванного повышенной объемной проводимостью пленок, созданных методом ионного скола.

#### **Практическая значимость проведенных исследований**

1. Выявленные закономерности роста и взаимодействия изолированных доменов в тонких пленках ниобата лития представляют интерес для развития методов доменной инженерии с использованием локального переключения зондом СЗМ.
2. Обнаруженный эффект самоорганизованного формирования квазирегулярных доменных структур с периодом до 100 нм в тонких монокристаллических пленках ниобата лития с неполярной ориентацией может быть использован для развития методов инженерии доменных стенок.
3. Продемонстрированная возможность создания при помощи локального переключения регулярных доменных структур в тонких монокристаллических пленках ниобата лития с периодами до 200 нм представляет значительный интерес для создания нелинейно-оптических устройств.

#### **Методология и методы исследования.**

Систематические экспериментальные исследования доменной структуры проводились с использованием современного высокоточного аналитического оборудования. Для создания изолированных доменов и доменных структур использовались методы локального переключения поляризации зондом сканирующего зондового микроскопа. Визуализация доменных структур производилась при помощи силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМПО) и сканирующей электронной микроскопии. Моделирование влияния влажности на рост и моделирование взаимодействия доменов было осуществлено с помощью программного пакета COMSOL Multiphysics. Все измерения проводились в атмосфере азота с контролем относительной влажности и температуры.

**Достоверность полученных результатов** обеспечивается применением поверенных и калиброванных средств измерений, аттестованных методик измерений, надежной статистикой экспериментов, применением современных и независимых методов обработки экспериментальных данных, согласием с результатами других авто-

ров и непротиворечивостью известным физическим моделям. Достоверность расчетов подтверждается обоснованностью допущений, а также согласованностью с экспериментальными результатами.

#### **Положения, выносимые на защиту:**

1. В тонких пленках с полярной ориентацией в LNOI, в отличие от пластин LN, рост доменов обусловлен формированием зубцов на заряженной доменной стенке, а также образованием изолированных нанодоменов за счет коррелированного зародышеобразования.
2. Ускорение роста доменов в пленках LN и замедление роста в пластинах LN и в пленках LN с диэлектрическим слоем при увеличении относительной влажности обусловлено образованием и увеличением водного мениска в точке контакта зонд-образец.
3. Различие формы и кинетики роста изолированных доменов в пленках в LNOI и пластинах LN с неполярной ориентацией, обусловлено повышенной объемной проводимостью пленок.
4. Эффект самоорганизованного формирования гребневых доменов с упорядоченным чередованием длины зубцов и кратным увеличением пространственного периода при сканировании проводящим зондом СЗМ обусловлен взаимодействием заряженных доменных стенок.
5. Создание регулярных доменных структур с субмикронными периодами в пленках с полярной ориентацией и диэлектрическим слоем обусловлено эффективным экранированием при повышенной температуре, а в пленках с неполярной ориентацией слабым междоменным взаимодействием.

**Апробация результатов.** Основные результаты работы были представлены, в том числе лично автором, на 9 российских и международных конференциях и симпозиумах: 1) 3-й международной конференции “Scanning probe microscopy” (SPM-2019-RCWDFM, Екатеринбург, 2019); 2) Международной онлайн-конференции «Исследование сегнетоэлектрических материалов российскими учёными. Столетие открытия сегнетоэлектричества» (Екатеринбург, 2020); 3) XXV Международном симпозиуме «Нанофизика и нанoeлектроника» (Нижний Новгород, 2021); 4) Международной конференции «The 12<sup>th</sup> Asian Meeting on Ferroelectricity» (AFM-AMEC, Северная Паттайя, 2021); 5) XXII Всероссийской конференции по физике сегнетоэлектриков (ВКС-XXII, Екатеринбург, 2021); 6) Международной онлайн-конференции “IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectric” (ISAF, Сидней, 2021); 7) Девятой Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (Москва, 2021); 8) Международной конференции «28th International Conference on Advanced Laser Technologies (ALT’21)» (Москва, 2021); 9) XXVI симпозиуме «Нанофизика и нанoeлектроника» (Нижний Новгород, 2022).

**Публикации и личный вклад автора.** Основные результаты опубликованы в 13 печатных работах, в том числе 5 статей в рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК РФ Аттестационным советом УрФУ и входящих в международные базы цитирования Scopus и Web of Science; 8 тезисов международных и всероссийских конференций. Диссертационная работа выполнена с использованием оборудования Уральского центра коллективного пользования «Современные нанотехнологии» ИЕНиМ УрФУ в рамках исследований, проводимых при частичной поддержке РФФИ (грант 19-12-00210), а также РФФИ (гранты 19-32-90052 и 20-42-660025).

Основные результаты были получены лично автором или при его активном участии. Выбор направления исследований, обсуждение результатов и формулировка задач проводились с научным руководителем д.ф.-м.н., профессором В. Я. Шуром. Компьютерное моделирование проводилось совместно с к.ф.-м.н. М. С. Кособоковым. Создание доменных структур и их визуализация методами сканирующей зондовой микроскопии проводились лично автором. Напыление полосовых металлических электродов проводилось совместно с м.н.с. Е. А. Пашниной. Визуализация доменной структуры методом сканирующей электронной микроскопии проводилась совместно с к.ф.-м.н. А. С. Слаутиной. Анализ и обработка результатов проводились лично автором.

### **Структура и объем диссертации**

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка литературы. Общий объем работы составляет 109 страниц, включая 49 рисунков, список литературы из 146 наименований.

### **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении** обоснована актуальность темы научно-квалификационной работы, сформулированы цели, задачи и основные положения, выносимые на защиту, описаны объекты, методология и методы исследования, показана актуальность и новизна полученных результатов и приведены сведения об их апробации и достоверности, предоставлена информация о публикациях и личном вкладе автора, структуре и объеме работы.

**Первая глава** является обзорной. В ней представлена информация об основных используемых понятиях и определениях. Подробно рассмотрена структура и основные свойства исследуемого в работе ниобата лития. Детально описаны современные представления об эволюции доменной структуры в сегнетоэлектриках при переключении поляризации, а также о влиянии размерного эффекта на физические свойства сегнетоэлектриков. Проанализированы возможности современных методов визуализации доменных структур.

**Вторая глава** является методической и содержит параметры образцов, описание экспериментальных установок и использованных методик.

Исследование эволюции изолированных доменов, а также регулярных доменных структур проводилось в тонких пластинах LN и пленках в LNOI с полярной ориентацией (Z-срез) и неполярной ориентацией (X-срез). Изучалось два типа LNOI с полярной ориентацией: 1) с электродом - LN пленка/Cr/Pt/Cr/SiO<sub>2</sub>/LN; 2) с диэлектрическим слоем и электродом - LN пленка/SiO<sub>2</sub>/Cr/Au/Cr/LN. Толщины: LN пленки - 700 нм, LN подложки - 500 мкм, электродов из Pt и Au - 100 нм, подслои Cr - 30 и 10 нм. Толщина слоя SiO<sub>2</sub> в LNOI с нижним электродом - 2 мкм, а с диэлектрическим слоем - 1 мкм. При проведении исследований электроды заземлялись. LNOI с неполярной ориентацией - LN пленка/SiO<sub>2</sub>/LN. Толщины: LN пленки - 300 нм, SiO<sub>2</sub> слоя - 2 мкм, LN подложки - 500 мкм.

Пластины LN с полярной ориентацией толщиной 20 мкм с нижним электродом из Cr приклеивались к металлической подложке серебряной пастой. Пластины LN с неполярной ориентацией толщиной 500 мкм приклеивались к металлической подложке с помощью серебряной пасты. Шероховатость поверхности всех образцов составляла менее 1 нм.

Создание изолированных доменов и доменных структур методом локального переключения, а также их визуализация на поверхности производилась при помощи сканирующих зондовых микроскопов MFP-3D (Oxford Instruments, США) и Ntegra Aura (НТ-МДТ, Россия). Визуализация доменов производилась методом силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика. Использовались кремневые зонды с проводящими покрытиями NSC 01, 16, 18 (Mikromash, Эстония) и HA\_NC/W<sub>2</sub>C и HA\_HR/W<sub>2</sub>C (ScanSens, Германия).

Локальное переключение производилось в атмосфере азота с контролируемой относительной влажностью (RH) в диапазоне от 0 до 80%. Исследования при температуре до 100<sup>0</sup>С производились на СЗМ Ntegra Aura с использованием термостолика.

Для исследования роста изолированных доменов к электроду в пленках в LNOI с неполярной ориентацией на поверхности образца методами электронно-лучевой взрывной (lift-off) литографии создавались полосовые электроды из слоев хрома и платины толщинами 20 нм и 30 нм, соответственно, ориентированные перпендикулярно полярной оси, при помощи сканирующего электронного микроскопа Auriga CrossBeam (Carl Zeiss, Германия) программно-аппаратно интегрируемого с системой электронно-лучевой литографии Elphy Multibeam (Raith GmbH, Германия). Размеры прямоугольных электродов 200×80 мкм. Визуализация доменной структуры в пленках в LNOI сканирующей электронной микроскопией (СЭМ) производилась в режиме детектирования отраженных электронов с регистрацией контраста, возникшего за счет каналирования электронов, при помощи Auriga CrossBeam.

Моделирование влияния влажности на рост и взаимодействие доменов было осуществлено методом конечных элементов с помощью программного пакета COMSOL Multiphysics (COMSOL Inc., Швеция)

**Третья глава** посвящена исследованию эволюции изолированных доменов в тонких монокристаллических пластинах и тонких пленках ниобата лития с полярной ориентацией.

**Рост и изменение формы доменов.** Было проведено детальное сравнение изменения роста, формы и размеров изолированных доменов при локальном переключении поляризации в тонких монокристаллических пластинах и тонких пленках LN с полярной ориентацией.

**Тонкие пластины.** Локальное переключение поляризации производилось в закрепленных на металлической подложке тонких монодоменных пластинах LN толщиной 20 мкм со сплошным Cr электродом на Z– полярной поверхности, в атмосфере сухого азота. Форма изолированных доменов при увеличении размеров изменялась от круглой до шестиугольной, характерной для кристаллов с симметрией C<sub>3</sub> (Рисунок 1а). Аналогичное изменение формы наблюдалось ранее в монокристаллических пластинах стехиометрического LN толщиной 850 нм, полученных при помощи полировки и травления [13].

Было проведено измерение зависимости от приложенного напряжения и длительности импульса эффективного диаметра доменов  $D$ , усредненного для пяти переключений при идентичных условиях (Рисунок 1б,ж).  $D = (A/\pi)^{1/2}$ , где  $A$  – площадь домена.

Из распределения полярной компоненты поля вблизи точки приложения напряжения с учетом пороговой полевой зависимости скорости движения доменной стенки была получена зависимость диаметра домена от напряжения:

$$D(V_{tip}) = 2a \sqrt{V_{tip}^{2/3} - \frac{R_{tip}^2}{a^2}}, \tag{1}$$

где  $a = \sqrt[3]{\frac{CR_{tip}}{2\pi\epsilon_0(1+\epsilon)E_{th}}}$ ,  $V_{tip}$  - напряжение,  $R_{tip}$  - радиус закругления зонда,  $E_{th}$  - пороговое поле. Полученная зависимость успешно использована для аппроксимации экспериментальных данных (Рисунок 1б).

Показано, что диаметр доменов начинает увеличиваться при длительности импульса более 10 с (Рисунок 1ж). Этот факт может быть объяснен за счет высоких пороговых полей и медленного экранирования деполяризующего поля, образующего в процессе роста домена и приводящего к уменьшению локального поля на доменной стенке.

Форма доменов в объеме пластины выявлялась с помощью «поэтапного частичного обратного переключения» многократным сканированием домена с отрицательным напряжением -15 В (Рисунок 1в-е). Наблюдающееся уменьшение размера домена свидетельствует о его конической форме.

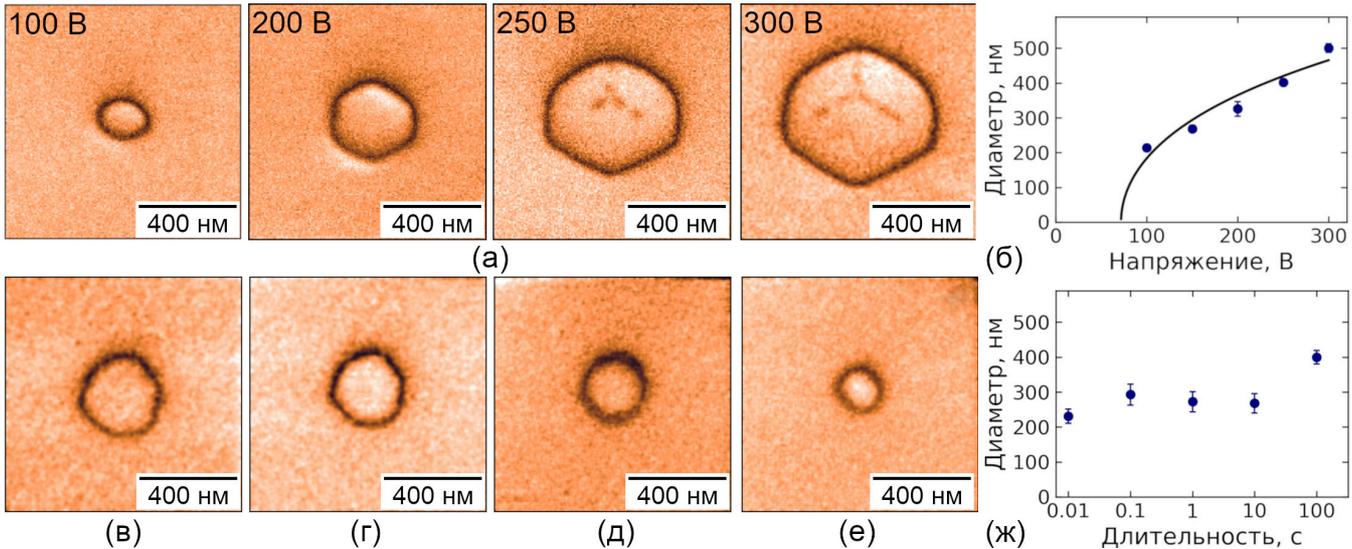


Рисунок 1. СМПО визуализация доменов в пластине LN: (а) при локальном переключении с различными напряжениями; (в-е) при «поэтапном частичном обратном переключении»: (в) после переключения, а также после различного количества сканирований: (г) 5, (д) 10, (е) 15. Напряжение при сканировании -15 В. Зависимость эффективного диаметра (б) от напряжения при длительности 1 с и (ж) от длительности импульса при напряжении 150 В. RH = 0%.

Пленки в LNOI с электродом. При локальном переключении в пленках в LNOI с электродом форма растущих доменов изменялась от круглой до скругленного шестиугольника с волнообразными стенками (Рисунок 2а).

Измерены зависимости эффективного диаметра от напряжения и длительности переключающих импульсов (Рисунок 2б,ж). Зависимость  $D$  от напряжения была успешно аппроксимирована с помощью уравнения (1) (Рисунок 2б). Эффективный диаметр увеличивался пропорционально логарифму длительности импульса (Рису-

нок 2ж). При «поэтапном частичном обратном переключении» было обнаружено возникновение цепи нанодоменов на расстоянии около 100 нм от основного домена (Рисунок 2в-е), что свидетельствует о зубчатой форме заряженной доменной стенки (ЗДС) в объеме.

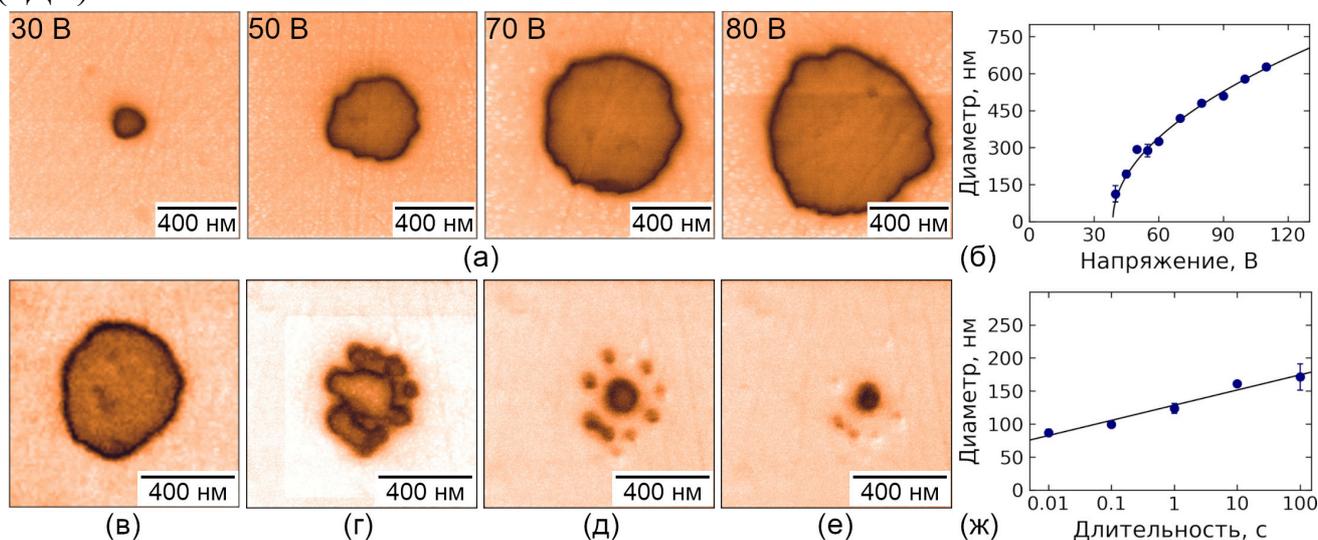


Рисунок 2. СМПО визуализация доменов в LNOI с электродом: (а) при локальном переключении с различными напряжениями; (в-е) при «поэтапном обратном переключении»: (в) после переключения, а также после различного количества сканирований: (г) 1, (д) 4, (е) 6. Напряжение при сканировании -10 В. Зависимость эффективного диаметра (б) от напряжения при длительности 1 с и (ж) от длительности импульса при напряжении 40 В. RH = 0%.

Пленки в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом. Форма доменов, создаваемых в пленках в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом, качественно изменялась при увеличении размеров. Вблизи круглых доменов с эффективным диаметром больше 300 нм возникали и сливались изолированные нанодомены (Рисунок 3а).

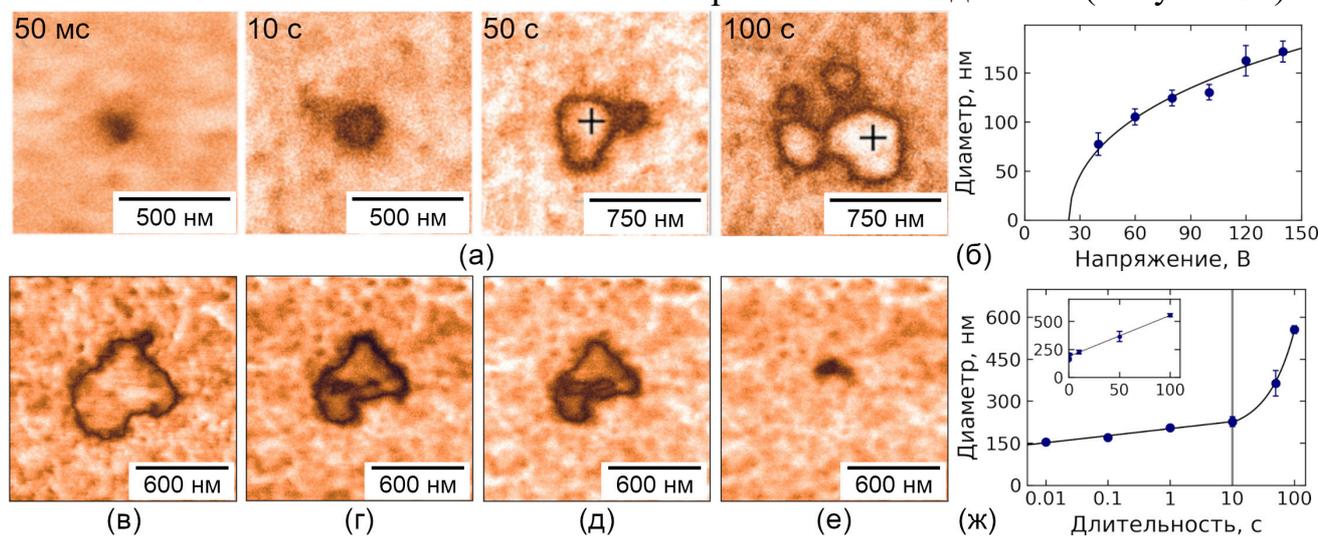


Рисунок 3. СМПО визуализация доменов в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом: (а) при локальном переключении для различных длительностей импульса (напряжение 120 В); (в-е) при «поэтапном частичном обратном переключении»: (в) после переключения, а также после различного количества сканирований: (г) 3, (д) 5, (е) 9. Напряжение при сканировании -15 В. Зависимость эффективного диаметра (б) от напряжения при длительности 10 с и (ж) от длительности импульса при напряжении 120 В. RH = 0%.

Зависимость эффективного диаметра доменов от напряжения соответствует уравнению (1) (Рисунок 3б). Для малых круглых доменов наблюдалась традиционная

логарифмическая зависимость диаметра от длительности импульса (Рисунок 3ж), однако при длительности импульсов более 10 с зависимость становилась линейной (Рисунок 3ж на вставке). Особенности эволюции изолированных доменов для пленок в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом были отнесены за счет неэффективного внешнего экранирования деполяризующего поля, вызванного наличием  $\text{SiO}_2$  слоя.

При «поэтапном частичном обратном переключении» наблюдался постепенный распад изначального домена на группу изолированных доменов неправильной формы (Рисунок 3в-е). Полученный результат свидетельствует о существовании зубчатой ЗДС в объеме пленки.

Механизмы роста доменов. Проведенные исследования позволили выявить три механизма роста доменов в тонких кристаллах и пленках.

В тонких пластинах LN с полярной ориентацией наблюдается рост одиночного изолированного с шестиугольной формой на поверхности и конической формой в объеме (Рисунок 4а). Аналогичная форма доменов характерна для пререключения в однородном поле и обусловлена боковым движением доменных стенок (генерацией ступеней) и прямым прорастанием (движением кинков) [14].

В тонких пленках в LNOI с электродом на поверхности растет изолированный домен неправильной формы, а в объеме формируется «зубчатая» ЗДС (Рисунок 4б), что вызвано формированием доменных зубцов непосредственно на движущейся заряженной доменной стенке [15]. Увеличение наклона стенки при росте домена приводит к увеличению деполяризующего поля. Когда поле превышает пороговое значение для внутриобъемного зародышеобразования на доменной стенке образуется новый зубец. Циклическое повторение процесса приводит к формированию в объеме пленки зубчатой ЗДС.

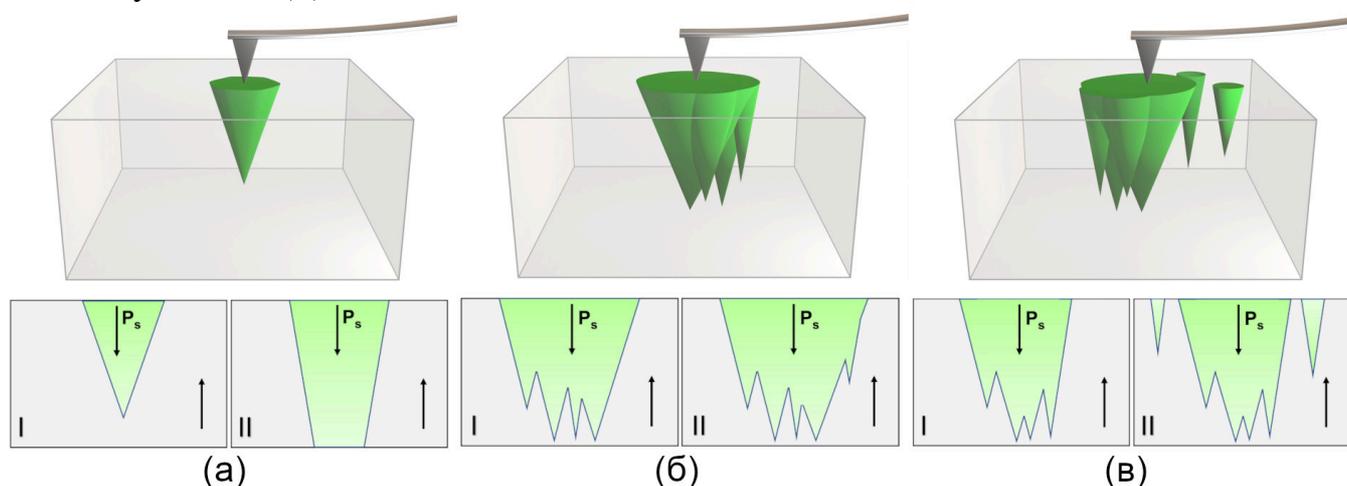


Рисунок 4. Форма и механизмы роста доменов: (а) за счет прямого прорастания и бокового движения доменных стенок, (б) за счет образования и роста зубцов на заряженной доменной стенке и их в полярной оси, (в) за счет коррелированного зародышеобразования.

В тонких пленках в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом на поверхности вблизи растущего изолированного домена образуются нанодомены (коррелированное зародышеобразование) и при слиянии с ними домен приобретает неправильную форму, а в объеме формируется «зубчатая» заряженная доменная стенка (Рисунок 4в) [3]. При коррелированном зародышеобразовании впереди движущейся доменной стенки из-за существования локального максимума

переключающего поля на расстояниях порядка толщины собственного диэлектрического слоя на поверхности формируются нанодомены, которые сливаются с основным доменом. Слияние основного домена с нанодоменами ускоряет его рост, что проявляется в линейной зависимости  $D$  от длительности импульса для больших доменов (Рисунок 3ж). Существенные различия в размерах и положении нанодоменов можно связать с дефектностью пленки.

**Влияние относительной влажности на рост доменов.** Выявлены различия влияния относительной влажности (RH) на эволюцию доменов в исследуемых образцах. Увеличение RH приводило к существенному увеличению доменов в тонких пленках в LNOI с электродом (Рисунок 5б) и уменьшению доменов в тонких пластинах LN и в тонких пленках в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом (Рисунок 5а,в). Различный характер зависимостей объясняется различием влияния RH на рост больших и малых доменов.

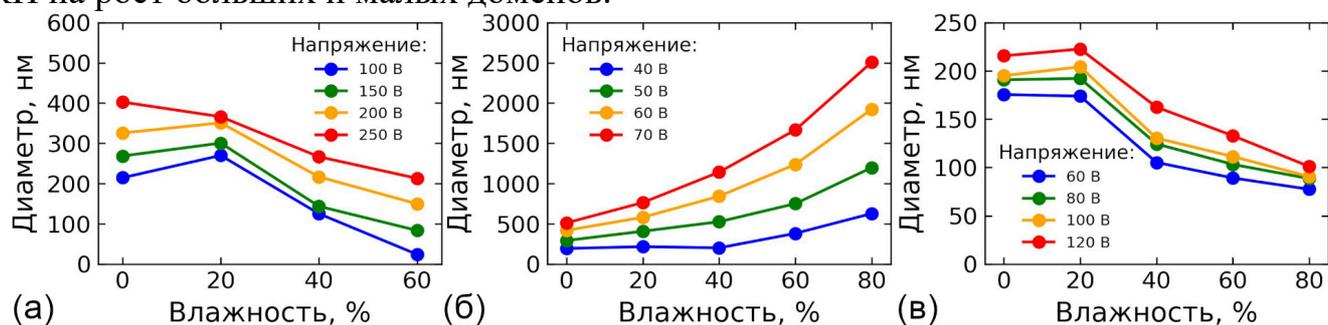


Рисунок 5. Зависимость эффективного диаметра домена от влажности: (а) в тонких пластинах LN, (б) в тонкой пленке в LNOI с электродом, (в) в тонкой пленке в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом.

Влияние увеличения влажности на эволюцию доменов обусловлено формированием: (а) водного мениска у контакта зонд-образец и (б) сплошного слоя воды на поверхности образца [16]. За счет роста мениска при  $RH > 20\%$  увеличивается площадь контакта между зондом и поверхностью образца, что приводит к существенному уменьшению и делокализации электрического поля. Сплошной слой воды, образуется на поверхности образца при  $RH > 50\%$  и играет роль верхнего электрода, сопротивление которого уменьшается при увеличении RH. При этом скорость бокового движения доменной стенки контролируется током переключения, необходимым для внешнего экранирования деполяризующих полей на полярной поверхности [16].

Приведенный расчет пространственного распределения полярной компоненты поля вблизи контакта зонд-образец, выполненный методом конечных элементов (Рисунок 6), показал, что влияние RH существенно зависит от размеров домена. Возникновение мениска в точке контакта зонда с поверхностью образца способствует делокализации прикладываемого поля (Рисунок 6б).

Уменьшение поля вблизи зонда из-за формирования и роста мениска приводит к уменьшению размеров небольших доменов в тонких пластинах LN и пленках в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом. С другой стороны, размеры больших доменов в LNOI с нижним электродом увеличиваются, благодаря усилению электрического поля на больших расстояниях от зонда и увеличению эффективности внешнего экранирования (Рисунок 6в).

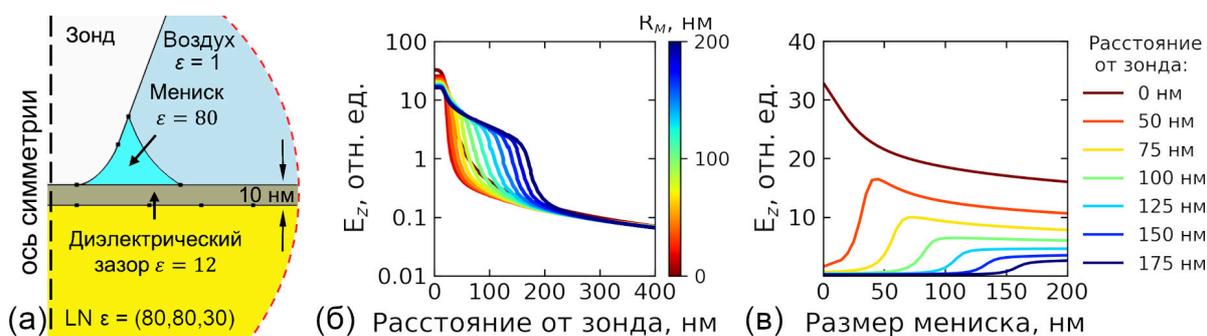


Рисунок 6. Моделирование влияния мениска на распределение электрического поля. (а) Геометрия модели, (б) зависимость полярной компоненты переключающего поля от расстояния до зонда для различных радиусов ( $R_M$ ) мениска и (в) зависимость величины полярной компоненты поля от радиуса мениска на различном расстоянии от зонда.

**Четвертая глава** посвящена исследованию эволюции изолированных доменов в монокристаллических пластинах и тонких пленках ниобата лития с неполярной ориентацией.

**Рост и изменение формы доменов.** Было проведено детальное сравнение изменения роста и формы и размеров изолированных доменов в пластинах LN и тонких пленках в LNOI с неполярной ориентацией.

Пластины, вырезанные параллельно полярной оси (X-срез). Производилось локальное переключение поляризации положительными и отрицательными импульсами в пластинах LN с неполярной ориентацией толщиной 500 мкм. Обнаружено формирование клиновидных доменов при переключении положительными импульсами (Рисунок 7б) и узких иглообразных доменов при переключении отрицательными импульсами (Рисунок 7г). Форма доменов не зависела от величины прикладываемого напряжения.

Были измерены зависимости ширины основания и длины доменов от приложенного напряжения. Полученная линейная зависимость длины доменов от напряжения (Рисунок 7з) типична для локального переключения на неполярных срезах LN [14]. Зависимости ширины основания домена  $w$  от напряжения для переключения положительными импульсами аппроксимировались формулой, полученной из распределения полярной компоненты поля вблизи зонда с учетом пороговой полевой зависимости скорости движения доменной стенки [14]:

$$w(V_{tip}) = 2 \sqrt{b \frac{V_{tip}}{E_{th}} - R_{tip}^2}, \quad (2)$$

где  $b = \frac{C}{3\sqrt{3}\pi(1+\epsilon)\epsilon_0}$ ,  $C$  – емкость зонда,  $R_{tip}$  – радиус закругления зонда,  $E_{th}$  – пороговое поле,  $V_{tip}$  – прикладываемое напряжение. Ширина основания доменов, созданных отрицательными импульсами, составляла около 400 нм и не изменялась во всем диапазоне напряжений (Рисунок 7и).

Тонкие пленки в LNOI. Домены, созданные отрицательными импульсами в пленках в LNOI с неполярной ориентацией, имеют клиновидную форму с закругленным основанием (Рисунок 7в). Для доменов, переключенных положительными импульсами, характерна сложная форма с расширенным основанием и несколькими узкими зубцами, ориентированными в полярном направлении (Рисунок 7а). Количество зубцов уменьшалось с напряжением.

Длина доменов линейно зависела от напряжения для импульсов обеих полярностей (Рисунок 7д). Причем длина доменов, созданных положительными импульсами, меньше, чем длина доменов, созданных отрицательными импульсами. Зависимость ширины основания доменов соответствует формуле (2) для импульсов обеих полярностей (Рисунок 7е).

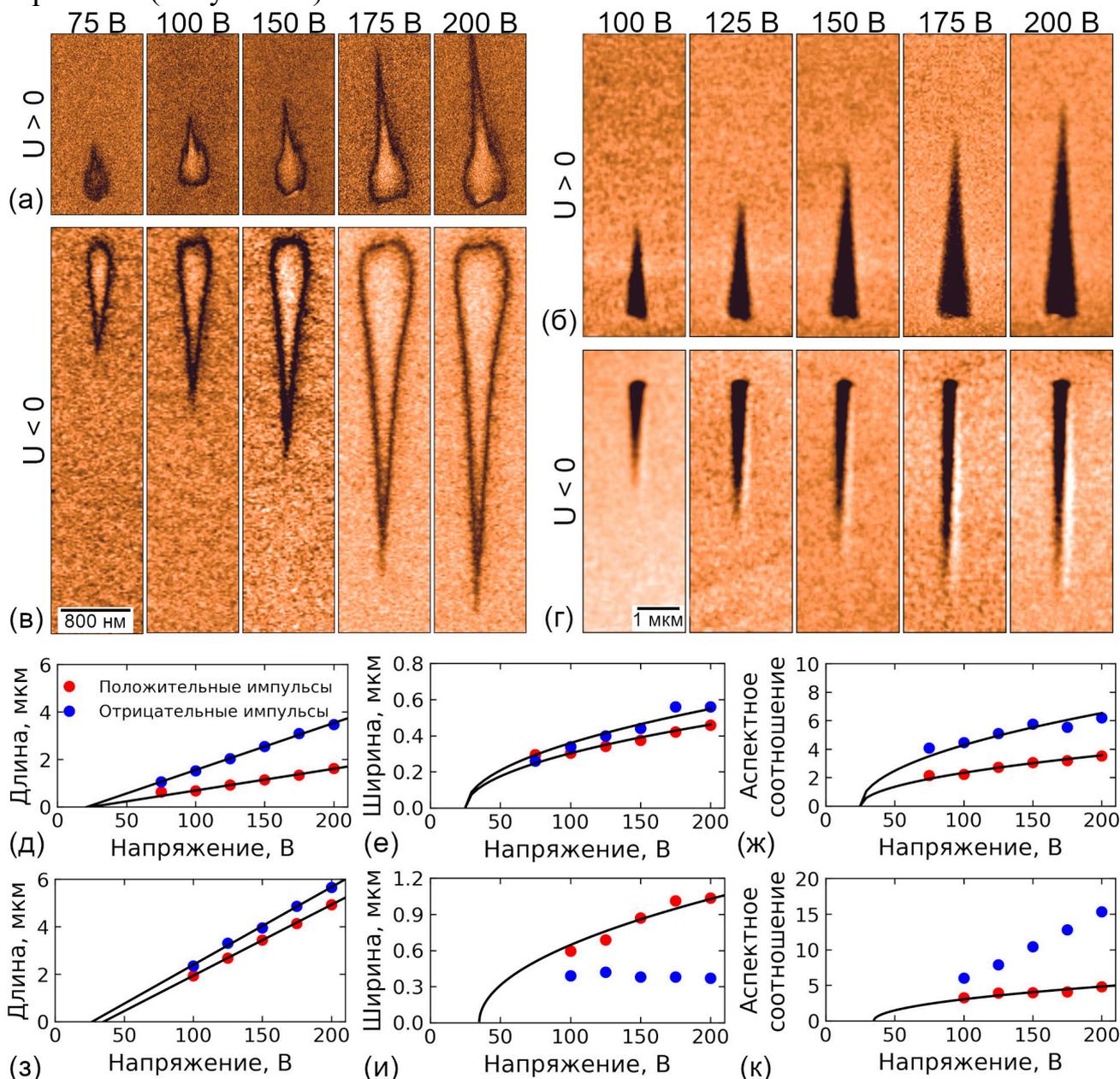


Рисунок 7. Рост изолированных доменов (а,в) в тонких пленках и (б,г) пластинах LN с неполярной ориентацией при переключении (а,б) положительными и (в,г) отрицательными импульсами. Зависимости (д,з) длины, (е,и) ширины и (ж,к) аспектного соотношения доменов от напряжения в (д-ж) тонких пленках и (з-к) пластинах LN. Длительность импульсов 5 с. RH = 30%.

Механизм роста доменов. Объяснение различий в форме и зависимостях размера доменов от напряжения в пленках в LNOI и пластинах LN с неполярной ориентацией осуществлялось в рамках кинетического подхода [14]. Предполагалось, что рост доменов происходит под действием полярной компоненты электрического поля ( $E_{loc,z}$ ) за счет генерации элементарных ступеней с заряженными кинками и движения этих кинков вдоль доменной стенки. Генерация элементарных ступеней на доменной стенке происходит вблизи зонда, где  $E_{loc,z}$  представляет собой сумму полярных

компонент создаваемого зондом СЗМ внешнего поля ( $E_{ext,z}$ ), деполяризующего поля ( $E_{dep,z}$ ) и поля экранирования ( $E_{scr,z}$ ):

$$E_{loc,z}(r) = E_{ext,z}(r) - E_{dep,z}(r) + E_{scr,z}(r), \quad (3)$$

Внешнее поле  $E_{ext,z}$  быстро спадает при удалении от зонда и на расстоянии около 1 мкм близко к нулю. Поэтому удлинение доменов на больших расстояниях от зонда СЗМ при прямом проращении происходит под действием частично экранированного  $E_{dep,z}$ , создаваемого заряженными кинками:

$$E_{loc,z}(r) = E_{dep,z}(r) - E_{scr,z}(r), \quad (4)$$

Экранирование замедляет движение кинков и препятствует спонтанному обратному переключению доменов после завершения импульса. Эффективность экранирования зависит от объемной проводимости и проводимости ЗДС. Известно, что проводимость ЗДС типа «голова-к-голове» в доменах, созданных положительными импульсами, значительно превосходит проводимость ЗДС типа «хвост-к-хвосту», созданных отрицательными импульсами [17]. Объемная проводимость пленок в LNOI  $\sim 10^{13}$  См/мм на пять порядков больше проводимости пластин LN [18,19], что вызвано наличием точечных дефектов, индуцированных при ионной имплантации и частично удаленных при последующем отжиге.

В пластинах LN формирование стабильных клиновидных доменов при переключении положительными импульсами (Рисунок 7б) обусловлено высокой проводимостью ЗДС типа «голова-к-голове», обеспечивающей экранирование  $E_{dep,z}$  и препятствующей самопроизвольному обратному переключению.

Более эффективное экранирование в пленках в LNOI уменьшало, создаваемое кинками  $E_{dep,z}$ , и замедляло их движения при переключении положительными импульсами, что приводило к формированию дополнительных узких зубцов, вызванному увеличением наклона ЗДС (Рисунок 7а).

Формирование узких клиновидных доменов при переключении отрицательными импульсами в пластинах LN (Рисунок 7г), вызвано самопроизвольным обратным переключением при неэффективном экранировании. При этом ширина домена определяется взаимодействием сближающихся при обратном переключении ЗДС и не зависит от величины прикладываемого напряжения.

Клиновидные домены в пленках в LNOI, создаваемые отрицательными импульсами, имеют ЗДС типа «хвост-к-хвосту» с низкой проводимостью, что обеспечивает их быстрое удлинение. В то же время высокая объемная проводимость тонких пленок препятствует уменьшению ширины доменов за счет самопроизвольного обратного переключению (Рисунок 7в).

**Влияние относительной влажности на рост доменов.** Исследование влияния RH на рост и форму доменов в тонких пленках в LNOI при переключении отрицательными импульсами позволило выделить три области RH с различными формами доменов (Рисунок 8).

При  $RH < 45\%$  формировались клиновидные домены, длина которых практически не зависела от влажности, а быстрый рост ширины основания доменов, приводил к уменьшению аспектного соотношения.

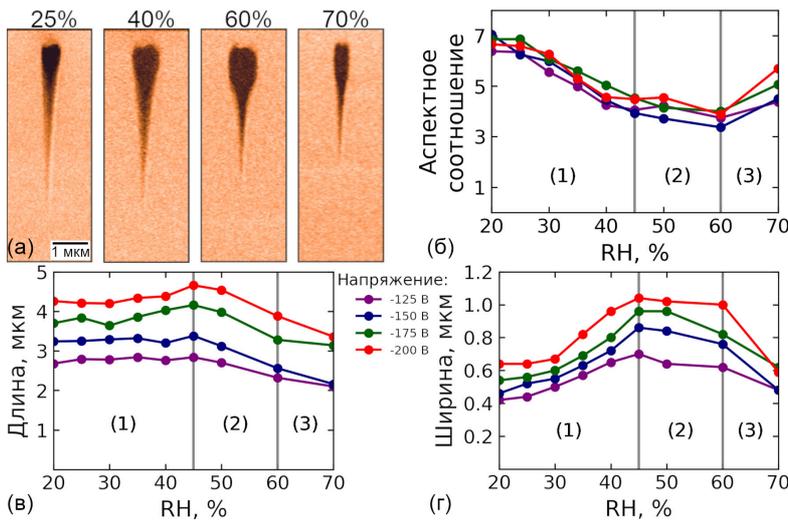


Рисунок 8. (а) СМПО визуализация изолированных доменов, созданных в тонких пленках в LNOI при различном RH и напряжении -200 В. Зависимости от RH: (б) аспектного соотношения, (в) длины и (г) ширины доменов при различном напряжении. Длительность импульсов 1 с.

контакта зонд-образец. Небольшой мениск при  $RH < 45\%$  приводил к делокализации  $E_{ext,z}$  и увеличению ширины основания доменов. Увеличение мениска при  $45 < RH < 60\%$  улучшало эффективность экранирования  $E_{dep,z}$  и приводило к формированию доменов с широким основанием. Уменьшение ширины основания доменов при высоких значениях  $RH > 60\%$  вызвано существенным уменьшением  $E_{ext,z}$  из-за сильной делокализации.

**Переключение к электроду в пленках в LNOI.** Переход между основными стадиями процесса переключения от «прямого прораствания домена» к «боковому движению доменных стенок» исследовался при росте изолированного домена к полосовому заземленному электроду при переключении отрицательными импульсами с различным напряжением и длительностью (Рисунок 9). Расстояние от зонда до электрода составляло 4 мкм. Визуализация доменов осуществлялась методами СМПО (Рисунок 9а,б) и каналирования электронов (Рисунок 9в,г). Неоднородности контрастов в изображениях, полученных в СМПО и каналировании электронов,

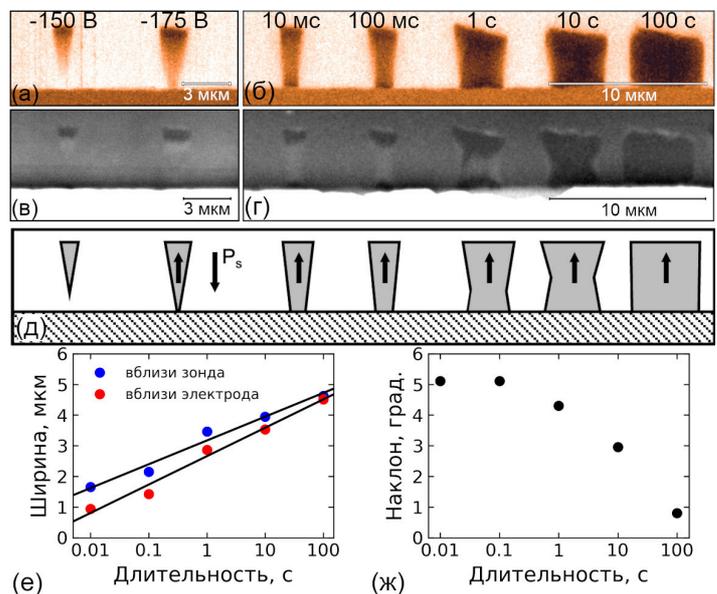


Рисунок 9. Рост доменов к полосовому электроду. (а,б) СМПО и (в,г) СЭМ визуализация доменов, созданных импульсами с различными (а,в) напряжениями (длительность 1 с) и (б,г) длительностями (напряжение -175 В). (д) Схематичное представление созданных доменов. Зависимости: (е) ширины доменов и (ж) угла наклона ЗДС от длительности импульса.

При  $45 < RH < 60\%$  формировались домены с широким основанием. С увеличением RH длина доменов уменьшалась, а ширина основания не изменялась.

При  $RH > 60\%$  форма доменов не изменялась, а ширина основания быстро уменьшалась с RH. Длина доменов уменьшалась, а аспектное соотношение увеличивалось.

Изменение формы доменов с ростом RH обусловлено формированием и ростом водного мениска вблизи

использовались для локального анализа глубины переключенных областей и реконструкции роста доменов. Более темные области соответствуют более глубоким доменам.

Переключение начиналось с прорастания клиновидного домена с ЗДС типа «хвост к хвосту» к электроду. После касания доменом электрода наблюдался встречный рост домена от электрода к зонду с ЗДС типа «голова-к-голове», что приводило к возникновению доменов в форме «песочных часов» (Рисунок 9д). При дальнейшем росте угол наклона ЗДС постепенно уменьшался (Рисунок 9ж) и образовывался полосовой домен с нейтральными доменными стенками. Ширины оснований переключаемых доменов вблизи электрода и зонда увеличиваются пропорционально логарифму длительности импульса (Рисунок 9е), как и в пленках в LNOI с полярной ориентацией.

**Самоорганизация в доменных структурах.** Исследовано самоорганизованное образование гребенчатых доменов при сканировании вдоль  $Y$  направления зондом с приложенным постоянным напряжением.

Форма доменов сильно зависела от RH. При  $RH < 20\%$  и при  $RH > 30\%$  формировались одиночные домены (Рисунок 10а,в), а в узком диапазоне вблизи  $RH = 25\%$  формировались гребенчатые домены с узкими длинными зубцами, ориентированными в полярном направлении (Рисунок 10б). Этот эффект наблюдался ранее на неполярных срезах пластин LN [20].

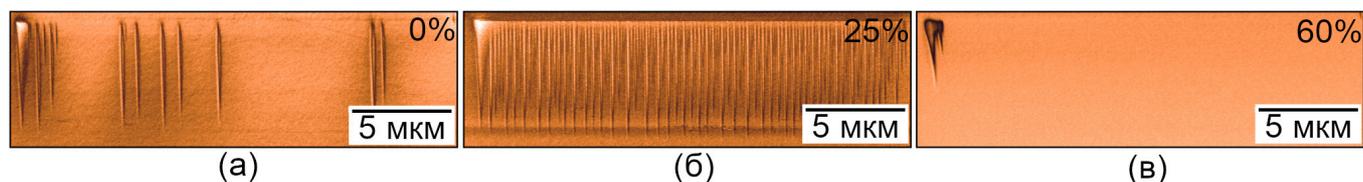


Рисунок 10. СМПО визуализация доменных структур, созданных сканированием вдоль  $Y$  оси при различных RH: (а) 0%, (б) 25%, (в) 60%. Напряжение -175 В, скорость сканирования 5 мкм/с.

Наблюдался эффект самоорганизации, который проявлялся в квазиупорядоченном чередовании длин зубцов гребенчатого домена (Рисунок 11а). Анализ гистограммы распределения длин зубцов домена (Рисунок 11д) позволил выделить четыре типа зубцов: длинные (Д), средние (С), короткие (К) и очень короткие (ОК). Эффект самоорганизации подтверждается образованием кластеров на графике Пуанкаре (зависимости длины зубца от длины предшествующего), соответствующих шести возможным вариантам следования зубцов в доменах (Рисунок 11е). Основным пространственным периодом структуры составлял 100–110 нм. Наблюдалось квазипериодическое чередование типов зубцов в доменах, что приводило к увеличению пространственного периода структуры в 4 раза (Д-ОК-К-ОК-...) (Рисунок 11б) и в 8 раз (Д-ОК-К-ОК-С-ОК-К-ОК-) (Рисунок 11в). Кроме того наблюдалось и хаотическое чередование длин зубцов (Рисунок 11г). Эффекты удвоения и учетверения периода ранее наблюдались в пластинах LN с неполярной ориентацией [20], а увеличение периода в восемь раз ранее не наблюдалось.

Эффект самоорганизации обусловлен электростатическим взаимодействием между соседними зубцами с ЗДС в гребенчатых доменах. Появление длинного (Д)

или среднего (С) зубца замедляет рост последующего, что приводит к образованию короткого (К) или очень короткого (ОК) зубца.

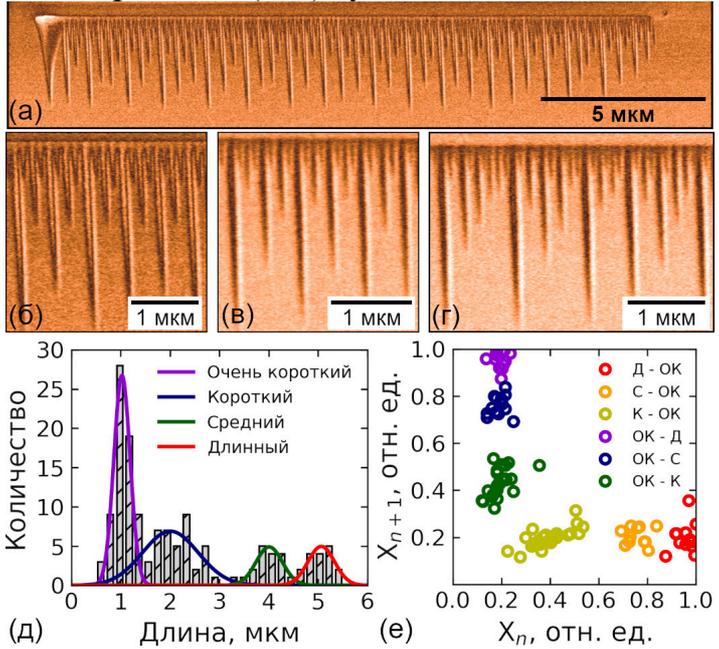


Рисунок 11. СМПО визуализация самоорганизованных гребенчатых доменов: (а) общий вид; участки с увеличением периода (б) в 4 раза и (в) в 8 раз, (г) с хаотичным чередованием длин зубцов. (д) Гистограмма распределения длин зубцов, (е) график Пуанкаре для длин зубцов в домене. RH = 30%, скорость сканирования 5 мкм/с, напряжение -175 В.

**Пятая глава** посвящена созданию регулярных полосовых доменных структур в тонких пленках в LNOI.

**Создание регулярных доменных структур в пленках в LNOI с полярной ориентацией и электродом.** Были созданы РДС с периодом 300 нм при помощи сканирования с приложением постоянного напряжения к зонду СЗМ (Рисунок 12а-в). Зависимость скважности  $S$  получаемых РДС от напряжения может быть получена из уравнения 1:

$$S(V_{tip}) = (2a/P) \sqrt{V_{tip}^{2/3} - (R_{tip}^2/a^2)}, \tag{5}$$

где  $P$  – период,  $V_{tip}$  – напряжение,  $R_{tip}$  – радиус зонда,  $a = \sqrt[3]{\frac{CR_{tip}}{2\pi\epsilon_0(1+\epsilon)E_{th}}}$ . Уравнение 5 использовалось для аппроксимации экспериментальных данных (Рисунок 12г)

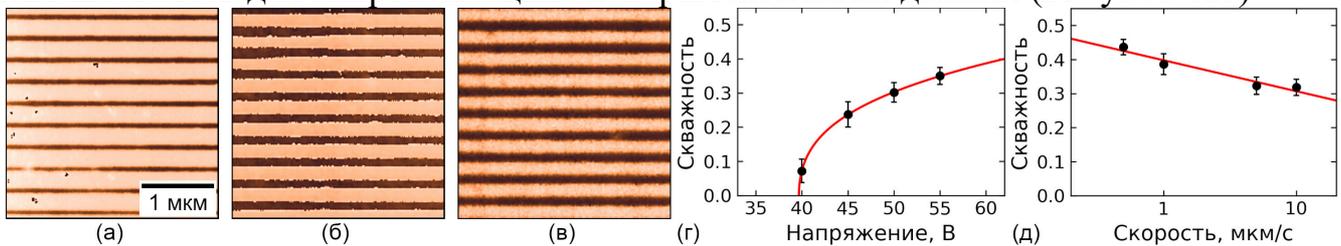


Рисунок 12. СМПО визуализация РДС с периодом 300 нм, созданных сканированием с приложением напряжения (а) 45 В, (б) 50 В, (в) 55 В и скорости сканирования 5 мкм/с. Зависимости скважности: (г) от напряжения, (д) от скорости сканирования. Переключенные домены – темные.

Показано, что с увеличением скорости скважность РДС уменьшалась по логарифмическому закону (Рисунок 12д). Дисперсия скважности не превышала 3% от периода. Наблюдаемая зависимость от напряжения позволяла получать близкие к 0,5

значения скважности, обеспечивающие наилучшую эффективность преобразования длины волны излучения.

Взаимодействие между полосовыми доменами в регулярных доменных структурах. Для исследования взаимодействия между полосовыми доменами в пленках LNOI с электродом были созданы РДС с постепенным уменьшением периода от 450 нм до 200 нм (Рисунок 13а-г).

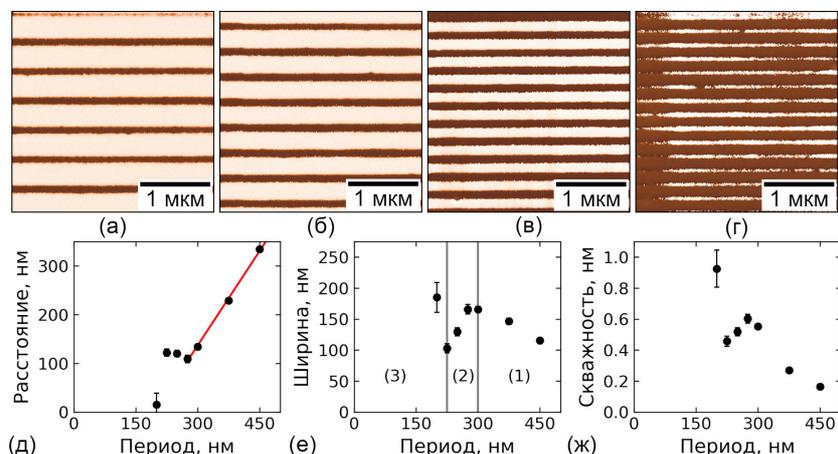


Рисунок 13. СМПО визуализация РДС с периодами, нм (а) 450, (б) 375, (в) 250, (г) 200. Зависимости от периода: (д) расстояния между доменами, (е) ширины доменов и (ж) скважности. Переключенные домены - темные. На (е) выделены три типа зависимости ширины доменов от периода.

Были обнаружены три типа зависимости ширины полосовых доменов от периода, обусловленные взаимодействием между доменами (Рисунок 19д-ж):

1. «Уширение доменов» при периодах больше 300 нм. Линейное увеличение ширины и скважности с уменьшением периода вызвано влиянием заряда, инжектированного при записи предыдущего полосового домена. Подобное поведение наблюдалось при создании РДС сканированием электронным пучком [21].

2. «Сужение доменов» при периодах 300–225 нм. Линейное уменьшение ширины и скважности с уменьшением периода вызвано замедлением встречного движения сближающихся доменных стенок вплоть до полной остановки из-за «запаздывания» экранирования деполяризующего поля и уменьшения переключающего поля на доменных стенках. Эффект был обнаружен и исследован в кристаллах германата свинца  $Pb_5Ge_3O_{11}$  и молибдата гадолиния  $Gd_2(MoO_4)_3$  [22].

3. «Слияние доменов» при периодах меньше 225 нм. Неоднородное уменьшение расстояния между доменными стенками и слияние доменов. На заключительных стадиях слияния формируются цепи остаточных нанодоменов (Рисунок 13г).

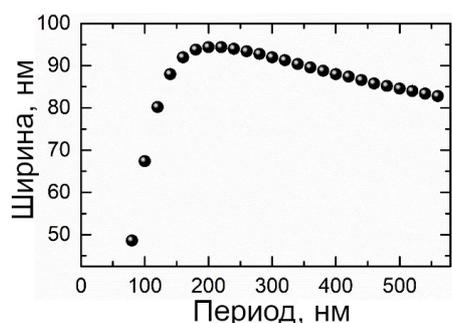


Рисунок 14. Моделирование зависимости ширины полосового домена от периода РДС.

Моделирование роста полосового домена в РДС было произведено с использованием расчета пространственного распределения полярной компоненты поля  $E_{loc,z}$  вблизи частично экранированного полосового домена шириной 120 нм с поверхностной плотностью заряда  $0,05 P_s$  под диэлектрическим слоем толщиной от 2 до 100 нм. Ширина растущего домена соответствовала ширине области, в которой  $E_{loc,z}$  превышало пороговое значение ( $E_{th,z} = 15$  кВ/мм). Полученная зависимость ширины домена от периода РДС

качественно соответствует экспериментальным результатам (Рисунок 14).

**Создание регулярных доменных структур в пленках в LNOI с полярной ориентацией, диэлектрическим слоем и электродом.** Были изучены возможности создания РДС с субмикронными периодами в пленках в LNOI с диэлектрическим слоем и электродом. Обнаружено, что создание полосовых доменов и РДС при комнатной температуре при помощи сканирования с приложением напряжения к зонду СЗМ затруднено обратным переключением, вызванным неэффективным экранированием деполяризующего поля. Для снижения порогового поля и ускорения внутреннего экранирования за счет объемной проводимости использовалось повышение температуры.

В пленке были созданы полосовые домены при температурах от 25<sup>0</sup>С до 100<sup>0</sup>С с помощью сканирования с постоянным напряжением (Рисунок 15а-г). Обнаружено три сценария переключения в зависимости от температуры: 1) формирование изолированного домена, 2) формирование цепей изолированных доменов,

3) формирование полосового домена (Рисунок 15ж). При  $T < 60^{\circ}\text{C}$  формировались только небольшие одиночные изолированные домены вблизи начала сканирования (Рисунок 15а). При дальнейшем нагреве  $T > 60^{\circ}\text{C}$  и  $U > 150\text{ В}$  образовывались неупорядоченные цепи изолированных доменов (Рисунок 15б). При  $T > 70^{\circ}\text{C}$  удавалось формировать полосовые домены (Рисунок 15в,г). Зависимость ширины доменов от напряжения аналогична зависимости диаметра одиночных доменов (Рисунок 15д).

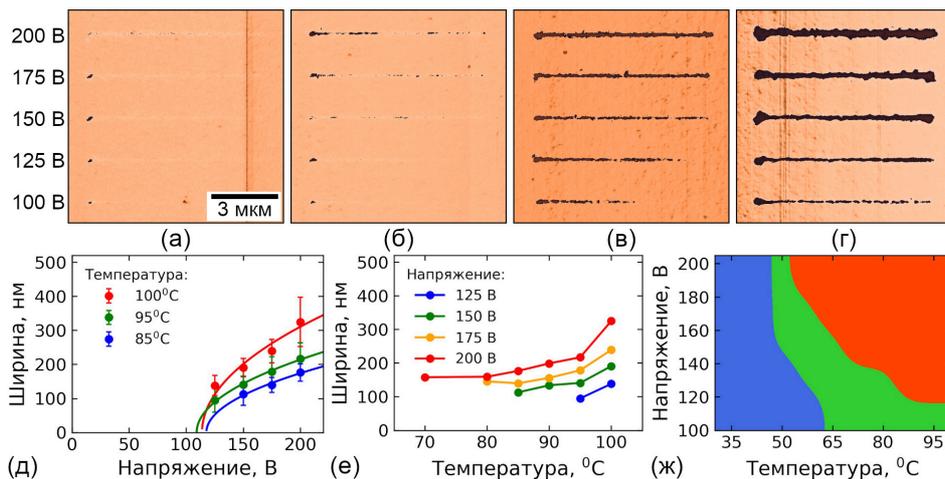


Рисунок 15. СМПО визуализация доменов, переключенных при (а) 28<sup>0</sup>С, (б) 60<sup>0</sup>С, (в) 80<sup>0</sup>С, (г) 100<sup>0</sup>С. Зависимости толщины полосовых доменов от (д) напряжения, (е) температуры. (ж) Фазовая диаграмма типов доменов: синий – изолированные, зеленый – цепи нанодоменов, красный – полосовые

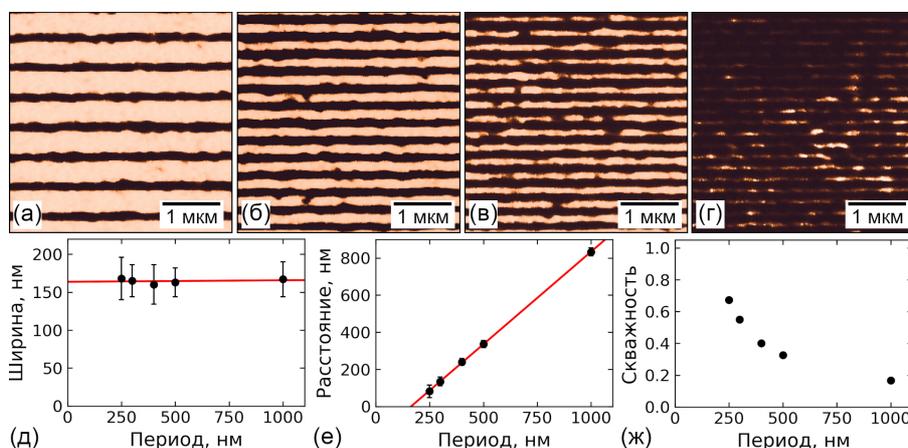


Рисунок 16. СМПО визуализация РДС с периодами, нм (а) 500, (б) 300, (в) 250, (г) 200. Зависимости от периода РДС: (д) ширины доменов, (е) расстояние между ними и (ж) скважности структур.

При дальнейшем увеличении температуры наблюдался нелинейный ускоренный рост ширины домена (Рисунок 15е), вызванный повышением эффективности объемного экранирования. Изменение температуры и напряжения может использоваться для контроля скважности РДС с субмикронным периодом.

Для исследования взаимодействия между доменами создавались РДС с периодами от 1 мкм до 200 нм при помощи сканирования при температуре 90<sup>0</sup>С (Рисунок 16а-г). Обнаружено, что расстояние между доменными стенками уменьшается пропорционально периоду, тогда как ширина доменов остается постоянной (Рисунок 16д,е). Отсутствие изменения ширины доменов вплоть до слияния свидетельствует о слабом междоменном взаимодействии, обусловленном высокой эффективностью экранирования. Скважность РДС близка к 0,5 для периода 300 нм. Выступы на стенках полосовых доменов вызваны дефектностью образца. В РДС с периодами меньше 300 нм наблюдалось неоднородное слияние доменов с образованием цепей остаточных нанодоменов (Рисунок 16г), как и в пленках в LNOI с электродом (Рисунок 14г). Средняя неоднородность ширины доменов не превышала 15%.

### **Создание регулярных доменных структур в пленках в LNOI с неполярной ориентацией.**

Была изучена возможность создания РДС в виде массивов клиновидных доменов с субмикронными периодами в пленках в LNOI с неполярной ориентацией методом локального переключения. Для исследования междоменного взаимодействия были созданы массивы изолированных доменов с различными периодами (Рисунок 17а-г). При уменьшении периода массивов до 1 мкм длина доменов практически не изменялась. Плавное уменьшение длины доменов для

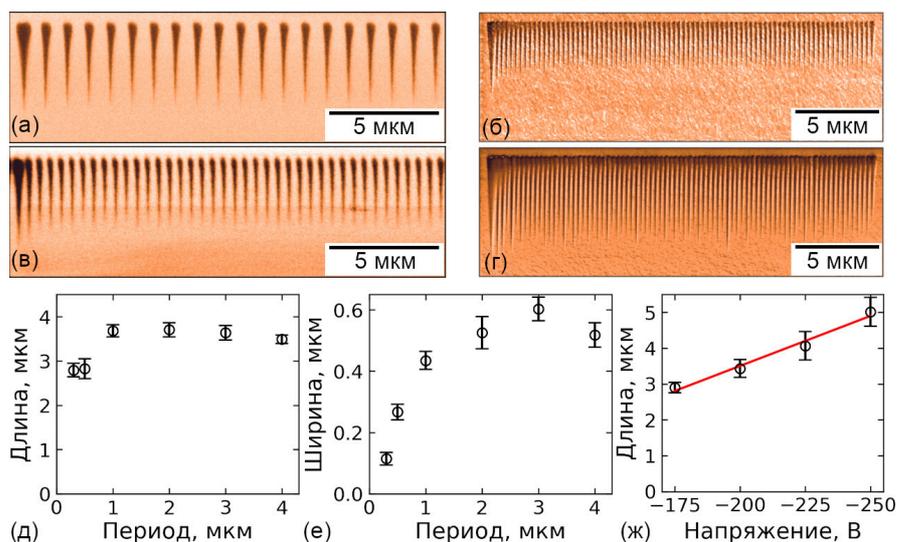


Рисунок 17. СМПО визуализация массивов доменов с периодами (а) 3 мкм, (в) 500 нм. Напряжение -175 В, длительность импульсов 1 с. СМПО визуализация массивов доменов с периодом 300 нм, созданных с напряжением (б) -175 В и (г) -250 В и длительностью импульсов 1 с. Зависимости от периода (д) длины и (е) ширины доменов. (ж) Зависимость длины доменов от напряжения.

меньших периодов, обусловлено уменьшением влияния заряда, инжектированного при записи первого домена в массиве (Рисунок 17д). Наблюдалось увеличение ширины основания доменов с ростом периода, вызванное уменьшением междоменного взаимодействия (Рисунок 17е). Длина доменов линейно увеличивалась с напряжением (Рисунок 17ж). Наблюдалось увеличение разброса длин доменов в массивах с периодом 300 нм с увеличением напряжения, вызванное электростатическим взаимодействием между ЗДС. Неоднородность длин доменов не превышала 15%.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ РАБОТЫ

Проведенное исследование формирования и эволюции доменной структуры при локальном переключении зондом СЗМ в тонких пленках и пластинах ниобата лития с полярной и неполярной ориентацией позволило сделать следующие **основные выводы**:

1. Впервые показано, что рост доменов в тонких пленках LN с полярной ориентацией, в отличие от пластин LN, обусловлен формированием зубцов на заряженной доменной стенке, а при наличии диэлектрического слоя - образованием изолированных нанодоменов за счет коррелированного зародышеобразования.
2. Выявлено увеличение скорости роста доменов в пленках LN и уменьшение скорости в пластинах LN и в пленках LN с диэлектрическим слоем при увеличении относительной влажности, обусловленное изменением размеров водного мениска в точке контакта зонд-образец.
3. Выявленные различия формы и кинетики роста изолированных клиновидных доменов при локальном переключении в пленках и пластинах LN с неполярной ориентацией обусловлены повышенной объемной проводимостью пленок, вызванной ионной имплантацией.
4. Обнаружено самоорганизованное формирование гребневых доменов с упорядоченным чередованием длины зубцов при сканировании проводящим зондом СЗМ в пленках LN. Выявленное кратное увеличение пространственного периода, отнесено за счет взаимодействия заряженных доменных стенок.
5. Показано, что создание регулярных доменных структур с субмикронными периодами в пленках LN с полярной ориентацией и диэлектрическим зазором обусловлено эффективным экранированием при повышенной температуре, а в пленках с неполярной ориентацией слабым междоменным взаимодействием.
6. Разработаны методы создания регулярных структур полосовых доменов с субмикронными периодами в пленках LN с полярной и неполярной ориентациями, позволившие получить регулярные доменные структуры с периодом до 200 нм.

### Перспективы дальнейшей разработки темы

Результаты, полученные в ходе исследований, будут использованы для продолжения развития методов доменной инженерии при создании регулярных доменных структур в тонких пленках. Планируется изучение особенностей локального переключения и возможностей создания регулярных доменных структур в пленках в танталате лития на изоляторе. Будут исследованы возможности масштабирования созданных регулярных доменных структур с субмикронными периодами и их использования для изготовления преобразователей длины волны лазерного излучения в конфигурации обратного рассеяния света. Для создания регулярных доменных структур будут использованы методы облучения сфокусированным излучением фемтосекундного лазера.

## ЦИТИРУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

- 1 Hum, D. S. Quasi-phasematching / D. S. Hum, M. M. Fejer // *C. R. Phys.* – 2007. – Vol. 8. – P. 180–198.
- 2 Byer, R. L. Quasi-phasematched nonlinear interactions and devices / R. L. Byer // *J. Nonlinear Opt. Phys. Mater.* – 1997. – Vol. 6. – P. 549–592.
- 3 Shur, V. Y. Micro- and nano-domain engineering in lithium niobate / V. Y. Shur, A. R. Akhmatkhanov, I. S. Baturin // *Appl. Phys. Rev.* – 2015. – Vol. 2. – P. 040604.
- 4 Harris, S. E. Proposed backward wave oscillation in the infrared / S. E. Harris // *Appl. Phys. Lett.* – 1966. – Vol. 9. – P. 114–116.
- 5 Rabiei, P. Optical and electro-optical properties of submicrometer lithium niobate slab waveguides prepared by crystal ion slicing and wafer bonding / P. Rabiei, P. Gunter // *Appl. Phys. Lett.* – 2004. – Vol. 85. – P. 4603–4605.
- 6 Saravi, S. Lithium niobate on insulator: an emerging platform for integrated quantum photonics / S. Saravi, T. Pertsch, F. Setzpfandt // *Adv. Opt. Mater.* – 2021. – Vol. 9. – P. 2100789.
- 7 Jia, Y. Ion-cut lithium niobate on insulator technology: recent advances and perspectives / Y. Jia, L. Wang, F. Chen // *Appl. Phys. Rev.* – 2021. – Vol. 8. – P. 011307.
- 8 Shaw, T. M. The properties of ferroelectric films at small dimensions / T. M. Shaw, S. Trolier-McKinstry, P. C. McIntyre // *Annu. Rev. Mater. Sci.* – 2000. – Vol. 30. – P. 263–298.
- 9 Gregg, J. M. Ferroelectrics at the nanoscale / J. M. Gregg // *Phys. Status Solidi A-Appl. Mat.* – 2009. – Vol. 206. – P. 577–587.
- 10 Poling thin-film x-cut lithium niobate for quasi-phase matching with sub-micrometer periodicity / J. Zhao et al. // *J. Appl. Phys.* – 2020. – Vol. 127. – P. 193104.
- 11 Actively-monitored periodic-poling in thin-film lithium niobate photonic waveguides with ultrahigh nonlinear conversion efficiency of  $4600\%W^{-1}cm^{-2}$  / A. Rao et al. // *Opt. Express.* – 2019. – Vol. 27. – P. 25920–25930.
- 12 Gainutdinov, R. V. Domain formation and polarization reversal under atomic force microscopy-tip voltages in ion-sliced  $LiNbO_3$  films on  $SiO_2/LiNbO_3$  substrates / R. V. Gainutdinov, T. R. Volk, H. H. Zhang // *Appl. Phys. Lett.* – 2015. – Vol. 107. – P. 162903.
- 13 Domain growth kinetics in lithium niobate single crystals studied by piezoresponse force microscopy / B. J. Rodriguez et al. // *Appl. Phys. Lett.* – 2005. – Vol. 86. – P. 012906.
- 14 Tilt control of the charged domain walls created by local switching on the non-polar cut of MgO doped lithium niobate single crystals / Y. M. Alikin et al. // *Ferroelectrics.* – 2021. – Vol. 574. – P. 16–22.
- 15 Formation and evolution of charged domain walls in congruent lithium niobate / V. Y. Shur et al. // *Appl. Phys. Lett.* – 2000. – Vol. 77. – P. 3636–3638.
- 16 Ferroelectric domain inversion: the role of humidity / D. Dahan et al. // *Appl. Phys. Lett.* – 2006. – Vol. 89. – P. 152902.
- 17 Static conductivity of charged domain walls in uniaxial ferroelectric semiconductors / E. A. Eliseev et al. // *Phys. Rev. B-Condens Matter.* – 2011. – Vol. 83. – P. 235313.
- 18 Esin, A. A. The electronic conductivity in single crystals of lithium niobate and lithium tantalate family / A. A. Esin, A. R. Akhmatkhanov, V. Y. Shur // *Ferroelectrics.* – 2016. – Vol. 496. – P. 102–109.
- 19 Ferroelectric Domain Wall Memristor / J. P. V. McConville et al. // *Adv. Funct. Mater.* – 2020. – Vol. 30. – P. 2000109.
- 20 Self-organized domain formation by moving the biased SPM tip / A. P. Turygin et al. // *Ferroelectrics.* – 2019. – Vol. 542. – P. 70–76.
- 21 Domain patterning by electron beam of MgO doped lithium niobate covered by resist / V. Y. Shur et al. // *Appl. Phys. Lett.* – 2015. – Vol. 106. – P. 232902.
- 22 Shur, V. Y. Kinetics of ferroelectric domain structure: retardation effects / V. Y. Shur, E. L. Rumyantsev // *Ferroelectrics.* – 1997. – Vol. 191. – P. 319–333.

## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

*Статьи в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ:*

1. Domain structure formation by local switching in the ion sliced lithium niobate thin films / **B. N. Slautin**, A. P. Turygin, E. D. Greshnyakov, A. R. Akhmatkhanov, H. Zhu, and V. Ya. Shur // Appl. Phys. Lett. – 2020. – Vol. 116. – № 15. – P. 152904. 0,5 п.л. / 0,15 п.л. – (Scopus, Web of Science).
2. Submicron periodical poling in Z-cut lithium niobate thin films / **B. N. Slautin**, H. Zhu, and V. Ya. Shur // Ferroelectrics. – 2021– Vol. 576. – № 1. – P. 119–128. 0,5 п.л. / 0,2 п.л. (Web of science). – (Scopus, Web of Science)
3. Submicron periodical poling by local switching in ion sliced lithium niobate thin films with a dielectric layer / **B. N. Slautin**, H. Zhu, and V. Ya. Shur // Ceram. Int.– 2021. – Vol. 47. – P. 32900–32904. 0,5 п.л. / 0,2 п.л. – (Scopus, Web of Science)
4. Evolution of nanodomains and formation of self-organized structures during local switching in x-cut LNOI / **B. N. Slautin**, A. P. Turygin, E. A. Pashnina, A. S. Slautina, D. S. Chezganov, and V. Ya. Shur // Crystals. – 2022. – Vol. 12. – № 5. – P. 659. 0,5 п.л. / 0,15 п.л. – (Scopus, Web of Science).
5. Discrete switching in the ion sliced lithium niobate thin films with thick dielectric layer/ **B. N. Slautin**, H. Zhu, and V. Ya. Shur // Ferroelectrics– 2022. – Vol. 592. – P. 90–97. 0,5 п.л. / 0,2 п.л. – (Scopus, Web of Science).

*Тезисы международных и всероссийских конференций:*

6. Discrete switching during local polarization reversal in ion sliced lithium niobate thin films / **B.N. Slautin**, A.P. Turygin, H. Zhu, V.Ya. Shur // Book of abstracts of Joint International Conference SPM-2019-RCWDFM, Ekaterinburg, Russia, August 25-28, 2019. – P. 267. 0,1 п.л. / 0,02 п.л.
7. Периодические доменные структуры с субмикронным периодом в тонких пленках ниобата лития / **Б.Н. Слаутин**, H. Zhu, В.Я. Шур // Сборник тезисов Международной онлайн-конференции «Исследование сегнетоэлектрических материалов российскими учеными. Столетие открытия сегнетоэлектричества» (СЭ-100), Екатеринбург, Россия, 17-19 августа 2020 г. – С. 164-165. 0,1 п.л. / 0,05 п.л.
8. Нанодоменные структуры в тонких пленках ниобата лития / **Б.Н. Слаутин**, H. Zhu, В.Я. Шур // Труды XXV Международного симпозиума «Нанофизика и нанoeлектроника», Нижний Новгород, Россия, 9-12 марта 2021 г. – Т. 1. – С. 331-332. 0,1 п.л. / 0,05 п.л.
9. Periodical poling with submicron periods in LNOI wafers / V.Ya. Shur, **B.N. Slautin**, H. Zhu // Abstract book of international conference «The Asian Meeting on Ferroelectricity» (AMF-AMEC-12), Паттайя, Тайланд, 7-9 июля 2021 г. – С. 9. 0,1 п.л. / 0,02 п.л.
10. Создание регулярных доменных структур с субмикронными периодами в тонких пленках ниобата лития на изоляторе / **Б.Н. Слаутин**, H. Zhu, В.Я. Шур // Сборник тезисов XXII Всероссийской конференции по физике сегнетоэлектриков (ВКС-XXII), Екатеринбург, Россия, 25-28 августа 2021 г. – С. 232. 0,1 п.л. / 0,02 п.л.
11. Periodical poling with submicron periods in z-cut lithium niobate on insulator thin films / V.Ya. Shur, **B. Slautin**, H. Zhu // Сборник тезисов Девятой международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», Москва, Россия, 22-26 ноября 2021 г. – С. 195. 0,1 п.л. / 0,02 п.л.
12. Periodically poled ferroelectric crystals and thin films for nonlinear optical conversions and controlling of coherent light / V. Shur, A. Akhmatkhanov, A. Esin, M. Chuvakova, **B. Slautin**, V. Pavelyev, G. Sokolovskii, D. Kolker, A. Boyko // Abstract book of 28th International Conference on Advanced Laser Technologies (ALT'21). – 2021. – P.134. 0,1 п.л. / 0,01 п.л.
13. Рост доменов при локальном переключении на неполярном срезе тонких пленок ниобата лития на изоляторе / **Б.Н. Слаутин**, H. Zhu, В.Я. Шур // Труды XXVI Международного симпозиума «Нанофизика и нанoeлектроника», Нижний Новгород, Россия, 14-17 марта 2022 г. – С. 484-485. 0,1 п.л. / 0,02 п.л.