

04,06

Потенциальные изображения сегнетоэлектрических доменных структур в кристаллах ниобата лития после формирования электронным лучом

© Л.С. Коханчик

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: mlk@iptm.ru

(Поступила в Редакцию 21 февраля 2018 г.)

В кристаллах ниобата лития с помощью низковольтной SEM-микроскопии исследовались сегнетоэлектрические доменные структуры, созданные электронным лучом. Структуры были сформированы в кристаллах с различной проводимостью — в высокоомных образцах конгруэнтного состава (CLN) и в образцах с проводимостью, улучшенной благодаря восстановительному отжигу (RLN). Проанализирована потенциальная природа контраста доменных структур, наблюдаемых в режиме вторичных электронов в зависимости от проводимости образцов и направления спонтанной поляризации доменов. Предполагается, что контраст доменов в кристаллах CLN связан с длительно сохраняющимися зарядами, локализованными у доменных стенок и в зонах облучения. Записанные доменные структуры в кристаллах CLN визуализировались на полярных и неполярных срезах. В кристаллах RLN с улучшенной, по сравнению с CLN, проводимостью потенциальный контраст периодических доменных структур был обнаружен только на полярных срезах, где вектор P_s доменов перпендикулярен облучаемой поверхности. Этот контраст, по-видимому, связан с влиянием поля зарядов спонтанной электрической поляризации на вторичные электроны.

Работа выполнена в рамках государственного задания № 007-00220-18-00.

DOI: 10.21883/FTT.2018.09.46391.046

1. Введение

Метаниобат лития LiNbO_3 (LN) благодаря уникальному набору важных свойств относится к числу материалов, перспективных для разнообразных практических применений, в том числе для нелинейной и интегральной оптики [1]. В этой связи весьма актуальной является проблема преобразования частоты оптического излучения, которая может быть решена, в частности с использованием сегнетоэлектрической доменной структуры в качестве нелинейной среды. Развитие методов „доменной инженерии“ для LN, поиск путей создания периодических структур разного типа с субмикронными и микронными периодами расширяет возможности использования этих кристаллов. Создание доменов электронным лучом (DEBW-domain electron beam writing) является одним из методов доменной инженерии, позволяющим бесконтактное формирование довольно крупных участков периодически поляризованного ниобата лития (PPLN) в массивных и в пленочных образцах, а также в волноводных структурах на LN [2–10].

Развитие доменной инженерии требует использования разнообразных методов исследования PPLN. Некоторые методики диагностики доменов описаны, например, в обзорах [11,12]. Данная работа посвящена рассмотрению возможностей низковольтной растровой электронной микроскопии (SEM) для характеристики доменов, созданных методом DEBW в кристаллах LN.

Известно, что при низких ускоряющих напряжениях в режиме вторичных электронов (SE) имеется воз-

можность наблюдать и изучать сегнетоэлектрические домены без их химического травления или декорирования поверхности [13–22]. В обзоре [13] представлены результаты наиболее ранних исследований равновесных доменных структур с использованием низковольтной SEM-микроскопии. Однако природа возникающего изображения доменов при сканировании электронным лучом по поверхности многих сегнетоэлектрических кристаллов до сих пор является предметом дискуссий. Авторы [14,15] связывают SE-контраст 180° -х доменов с влиянием спонтанной электрической поляризации (P_s) на количество детектируемых SE с поверхности доменов разного знака. В [16,17] похожий контраст 180° -х доменов объяснялся небольшим нагревом поверхности из-за облучения электронами и возникновением на их поверхности пирозлектрических зарядов, также приводящих к контрасту SE. В работах [18–21] отмечено, что контраст доменных границ и контраст доменов часто возникает при небольшой зарядке плохо проводящих сегнетоэлектрических образцов. Противоречивость в обсуждениях природы SE-изображений доменов подчеркнута в [22,23], где предполагается одновременное влияние нескольких факторов на получаемые в SEM изображения доменов.

В настоящей работе обсуждаются SE-изображения доменных структур, созданных электронным лучом в кристаллах LN. Анализируются причины возникновения контраста доменов после их записи на полярных (001) и неполярных (010) поверхностях, объясняется связь этого контраста с проводимостью образцов. С точки зрения развития метода DEBW достоинством низковольт-

ной SEM-микроскопии является возможность быстрой и неразрушающей визуализации структур непосредственно после их записи электронным лучом. Полученные результаты могут быть информативны в качестве оценки метода низковольтной SEM-микроскопии для исследования и визуализации сегнетоэлектрических доменов в целом.

2. Методы формирования и особенности визуализации доменных структур

Формирование доменов проводилось в SEM марки JSM-840A с управляемым перемещением электронного луча с помощью программы NanoMaker. Исследовались номинально чистые образцы LN конгруэнтного состава (CLN) и образцы LN после восстановительного отжига ($T = 550^\circ\text{C}$) в атмосфере водорода — (RLN). As-grown кристаллы CLN имеют очень низкую проводимость ($G_{\text{CLN}} = 10^{-16} - 10^{-18} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$). Согласно [24], используемый режим восстановительного отжига приводит к возрастанию проводимости до величин $G_{\text{RLN}} = 10^{-11} - 10^{-13} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$.

Домены формировались при локальных (условно точечных) облучениях полированных пластин толщиной $\sim 0.5 \text{ mm}$ с кристаллографической ориентацией (010) и (001) (Y - и Z -срезы соответственно). Соответствующие схемы роста доменов на Y - и Z -срезах показаны на рис. 1, a, b . При облучении неполярного (Y) среза домены, зарождающиеся в точке облучения, растут в поверхностном слое в направлении $+Z$ под действием тангенциальной составляющей поля пространственного заряда $E_z(r)$; толщина поверхностного слоя определяется энергией облучающих электронов [25]. Доменные решетки в Y -срезах записывались путем локальных облучений поверхности при перемещении луча вдоль X - и Z -направлений [25]. При облучении полярного ($-Z$) среза домены растут вглубь кристалла. Доменные решетки в Z -срезах записывались путем создания системы локальных облучений поверхности при перемещении луча вдоль Y - и X -направлений [26].

Принцип визуализации доменов в низковольтном режиме SEM на поверхности высокоомного сегнетоэлектрика [13] иллюстрируется рис. 1, c , на котором схематично представлена зависимость электронной эмиссии (σ) из поверхностного слоя диэлектрика от ускоряющего напряжения U в SEM. Как известно [27,28], при $U = U_2$ количество вылетающих из образца вторичных (SE) (коэффициент эмиссии $\delta = I_{\text{SE}}/I$) и отраженных (BSE) электронов (коэффициент эмиссии $\eta = I_{\text{BSE}}/I$) равно количеству электронов, вносимых электронным лучом ($\sigma = (I_{\text{SE}} + I_{\text{BSE}})/I \sim 1$); образец при этих условиях облучения практически не заряжается. В условиях, соответствующих значениям $\sigma < 1$, на поверхности накапливается отрицательный заряд, а при $\sigma > 1$ — положительный.

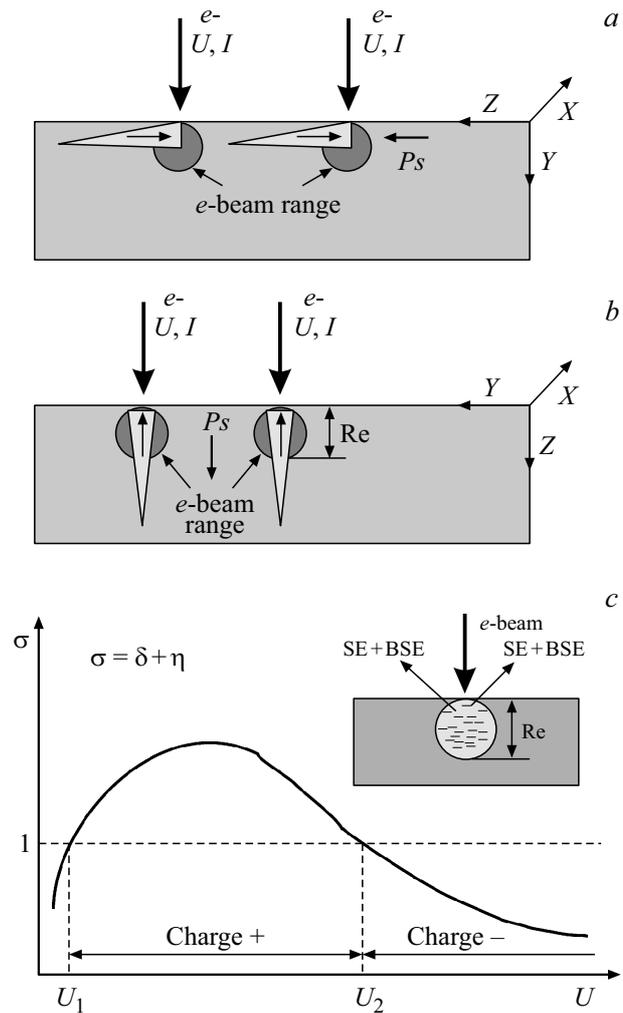


Рис. 1. Схема формирования и роста доменов при локальных облучениях поверхности LN: a — Y -срез, b — Z -срез; c — условное представление изменения поверхностной электронной эмиссии (σ) от ускоряющего напряжения микроскопа (U); на вставке — схема внедрения зарядов электронным лучом.

Наиболее благоприятный режим наблюдения доменов как в CLN, так и RLN образцах соответствовал $U = 2 \text{ kV}$. Это значение находится вблизи второй равновесной точки (U_2), на экспериментальной зависимости $\sigma(U)$, определенной для LN [29].

В CLN визуализация доменов осложнялась чрезмерной отрицательной зарядкой поверхности. При записи доменных структур на больших участках поверхности и при использовании высоких ускоряющих напряжений часто возникал эффект „электронного зеркала“ (отражение электронного луча заряженной поверхностью) [30]. Для устранения поверхностного отрицательного заряда образец либо выдерживался в течение нескольких десятков или сотен минут без облучения, либо поверхность сканировалась электронным лучом при $U < U_2$. В последнем случае происходит переход к режиму облучения, соответствующему $\sigma > 1$, и на поверхности начинают накапливаться положительные заряды, компенсирую-

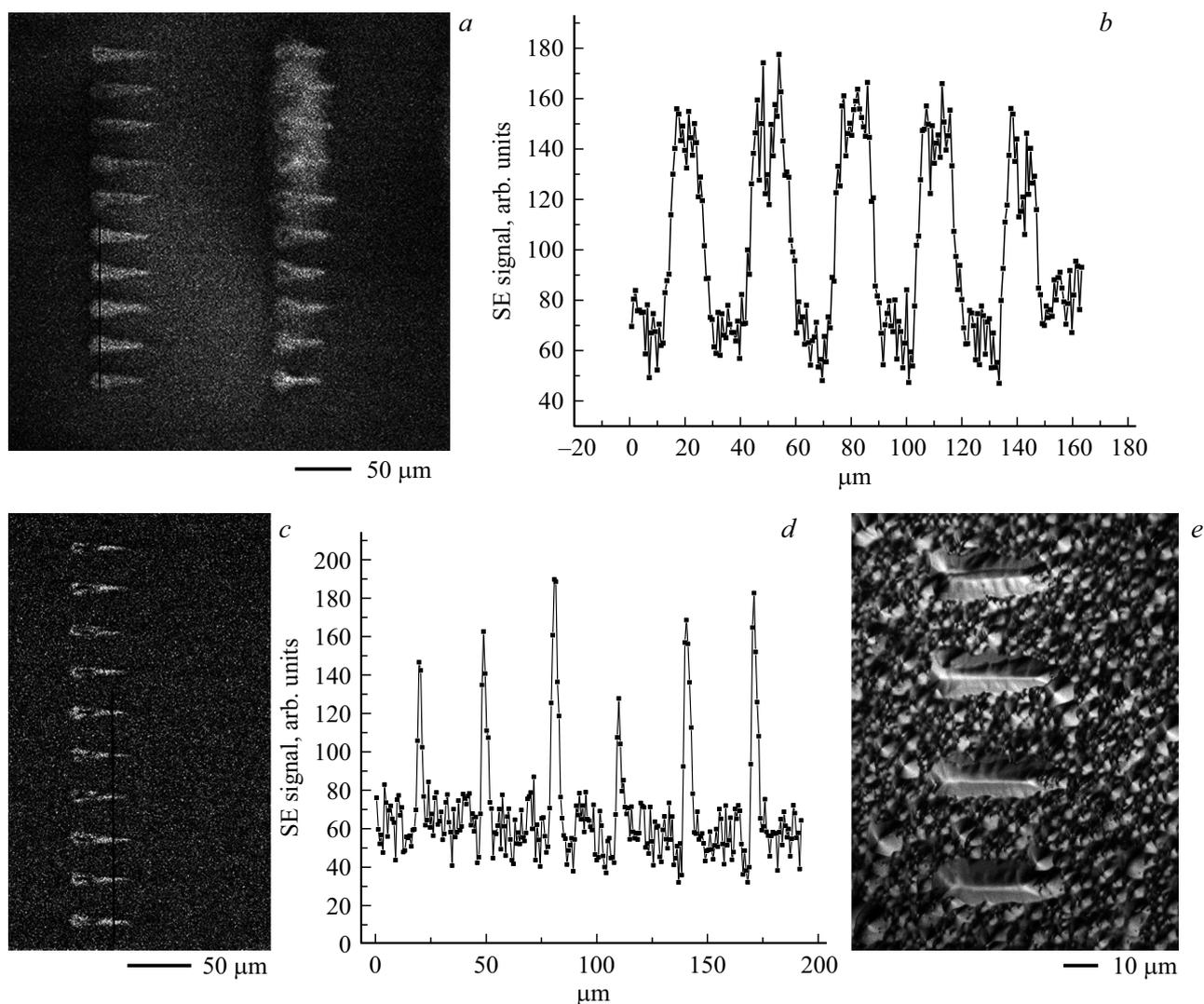


Рис. 2. Изображения доменов на Y -срезе CLN: потенциальное изображение и профиль изменения сигнала SE вскоре после DEBW (a, b) и те же образцы спустя месяц после DEBW (c, d); оптическое изображение доменов после химического травления (e). Условия записи доменов: $U = 15$ kV, $t_{\text{irr}} = 200$ ms.

щие заряд отрицательного знака (см. рис. 1, c) [27,28]. Устранение избыточного поверхностного заряда можно было ускорить и внешним воздействием, например, смачиванием поверхности этанолом.

В кристаллах RLN признаки зарядки поверхности после записи доменов не наблюдались, поскольку время диэлектрической релаксации (определяющее распад заряда) $\tau_M = \epsilon\epsilon_0/G$ составляет в RLN десятки или сотни с, что сопоставимо с временем перехода от записи доменов к низковольтному режиму для просмотра поверхности. Напротив, в CLN $\tau_M \geq 10^4 - 10^6$ s, что обеспечивает довольно длительные времена сохранения зарядов после записи.

Для сопоставления с SE-изображениями домены в CLN- и RLN-образцах выявлялись методом селективного химического травления в смеси кислот $\text{HF} + 2\text{HNO}_3$. Так как отрицательные ($-Y$ и $-Z$) поверхности травятся значительно быстрее, чем $+Y$ и $+Z$, домены выглядят

холмиками или ямками, соответственно, на $-$ и $+$ срезах кристалла [31]. Изображения доменов после травления были получены в оптическом интерференционном микроскопе Axioplan 2.

3. Экспериментальные результаты

Ниже представлены и обсуждены изображения доменов и структур, полученные в режиме SE и после травления образцов.

3.1. Характеристики доменов, записанных на Y - и Z -срезах кристаллов CLN

На рис. 2 показаны SE-изображения доменов на Y -срезе, зарегистрированные через сутки (рис. 2, a, b), и через месяц (рис. 2, c, d) после записи; рядом показаны

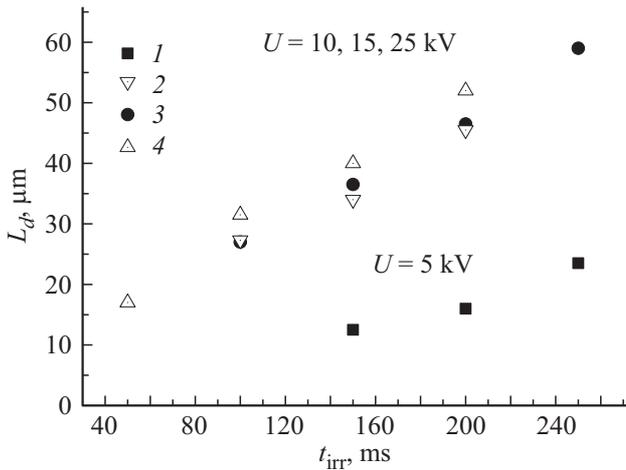


Рис. 3. Средняя длина потенциальных изображений доменов, созданных при разных ускоряющих напряжениях в SEM: $U = 5$ kV (1), 10 kV (2), 15 kV (3), 25 kV (4).

соответствующие профили сигнала SE. На рис. 2, *e* представлены те же домены, выявленные химическим травлением. На Y -срезе домен после травления имеет вид вытянутой, лежащей на одной из граней треугольной пирамиды, сужающейся к концу домена. Длина доменов на картинах травления хорошо согласуется с оценками длины на SE-изображениях.

Отметим характерные особенности SE-изображений доменов на Y -срезах. Как зона облучения (широкая овальная часть), так и область собственно домена (вытянутая часть) характеризуются повышенным сигналом SE (светлый контраст на рис. 2, *a, c*); при этом в центре области облучения сигнал SE несколько понижен по сравнению с краями (рис. 2, *b*). По профилям изменения сигналов SE была сделана оценка размеров SE-изобра-

Диаметр SE-изображений областей облучения на Y -срезе

Режимы облучения ($S_{irr} = 0.5 \mu\text{m}^2$)	$U = 25$ kV	$U = 15$ kV	$U = 10$ kV	$U = 5$ kV
$t_{irr} = 50$ ms	11.1 μm	9.8 μm	—	—
$t_{irr} = 100$ ms	13.5 μm	11.9 μm	11.1 μm	9.2 μm
$t_{irr} = 150$ ms	14 μm	12.1 μm	—	—

жения овальной области облучения в зависимости от экспериментальных условий записи доменов (U и t_{irr} при постоянном токе $I = 0.1$ nA). Измерялась ширина на полувысоте соответствующего изменения интенсивности сигнала SE. Результаты измерений, выполненные после записи доменов спустя сутки, представлены в таблице.

Как следует из таблицы, диаметр SE-изображений намного превышает размеры реальной зоны облучения. Зона локального облучения расширяется при увеличении ускоряющего напряжения U и времени облучения t_{irr} . Спустя месяц диаметр SE-изображения зоны облучения и ширина доменов уменьшились примерно в 1.5–2 раза (рис. 2, *c, d*). Напротив, длина L_d доменов практически не изменилась в течение месяца. На рис. 3 представлены зависимости L_d от условий записи, измеренные по SE-изображениям.

Рис. 4, *a* демонстрирует SE-изображение поверхности после записи доменов на $-Z$ -срезе кристаллов CLN; рядом (рис. 4, *b*) представлен соответствующий профиль сигнала SE вдоль линии, пересекающей характерные участки. На рис. 4, *c* показана эта же структура после травления образца. Как и на неполярном срезе, область облучения характеризуется повышенным сигналом SE (светлый контраст). Анализ нескольких изображений по-

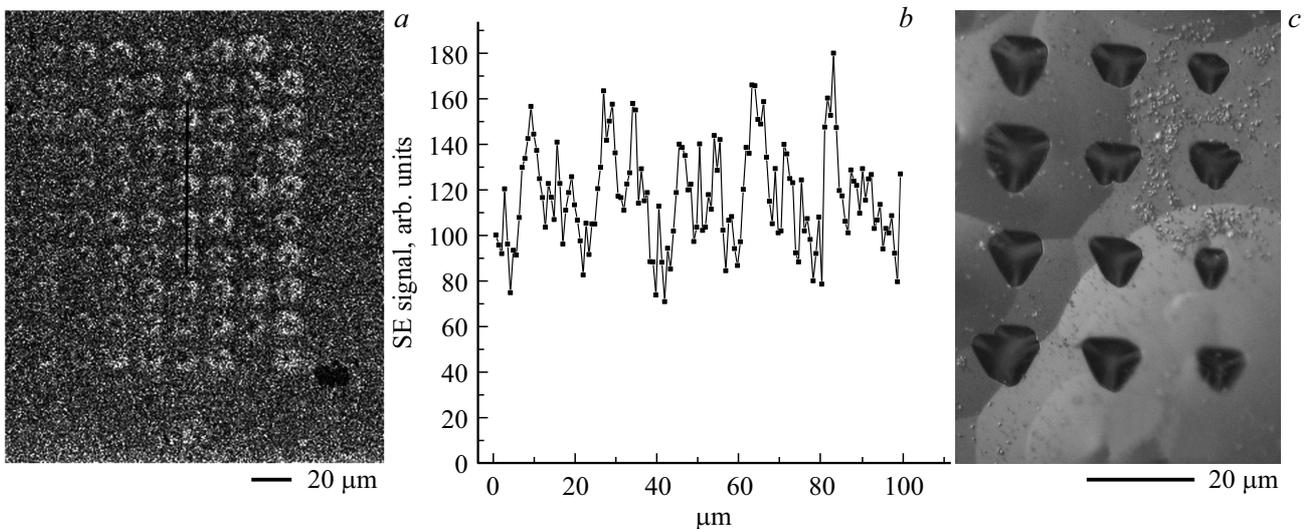


Рис. 4. SE-изображение поверхности $-Z$ -среза кристалла CLN после DEBW, $U = 25$ kV — (a); профиль изменения сигнала SE вдоль линии, пересекающей характерные зоны SE-изображения — (b); оптическое изображение созданных доменов после химического травления — (c).

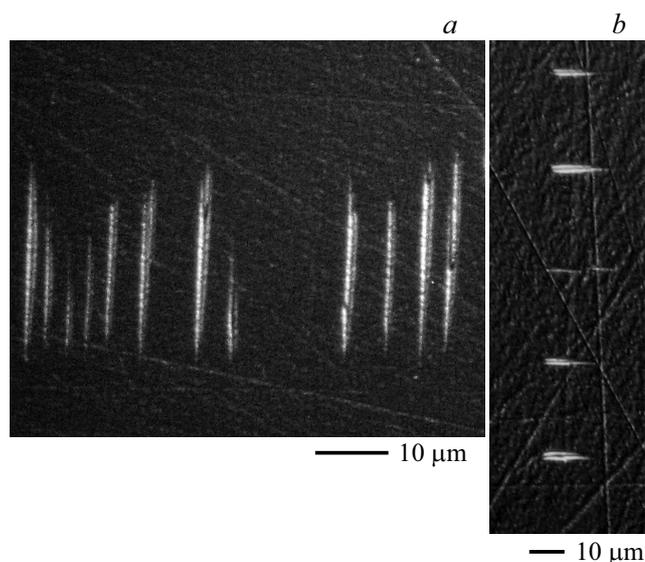


Рис. 5. Оптические изображения доменов, созданных в RLN-кристалле на Y -срезе после химического травления образца: (a) — расстояние между облучениями $\Lambda = 4 \mu\text{m}$ и (b) — $\Lambda = 30 \mu\text{m}$.

казал, что размеры SE-изображений облученных участков на Z -срезе, так же как и на Y -срезе, расширяются с увеличением U и t_{irr} . Домены растут вглубь кристалла. Пониженный сигнал SE в центре зоны облучения, возможно, связан с возникновением доменов.

3.2. Характеристики доменов, записанных на Y - и Z -срезах кристаллов RLN

Формирование доменов в кристаллах восстановленного ниобата лития (RLN) потребовало использования более „жестких“ режимов электронного облучения, чем в CLN [32]. Домены, записанные на неполярных Y -срезах, не выявлялись в режиме SE и были обнаружены только методом химического травления. Пример картин травления участков с доменами показан на рис. 5, a, b.

В отличие от неполярного среза, SE-изображения доменных структур, созданных электронным лучом на Z -срезе, были выявлены. Характерное SE-изображение и соответствующий профиль изменения сигнала SE для одной из структур показаны на рис. 6, a, b. Рядом представлено оптическое изображение после травления той

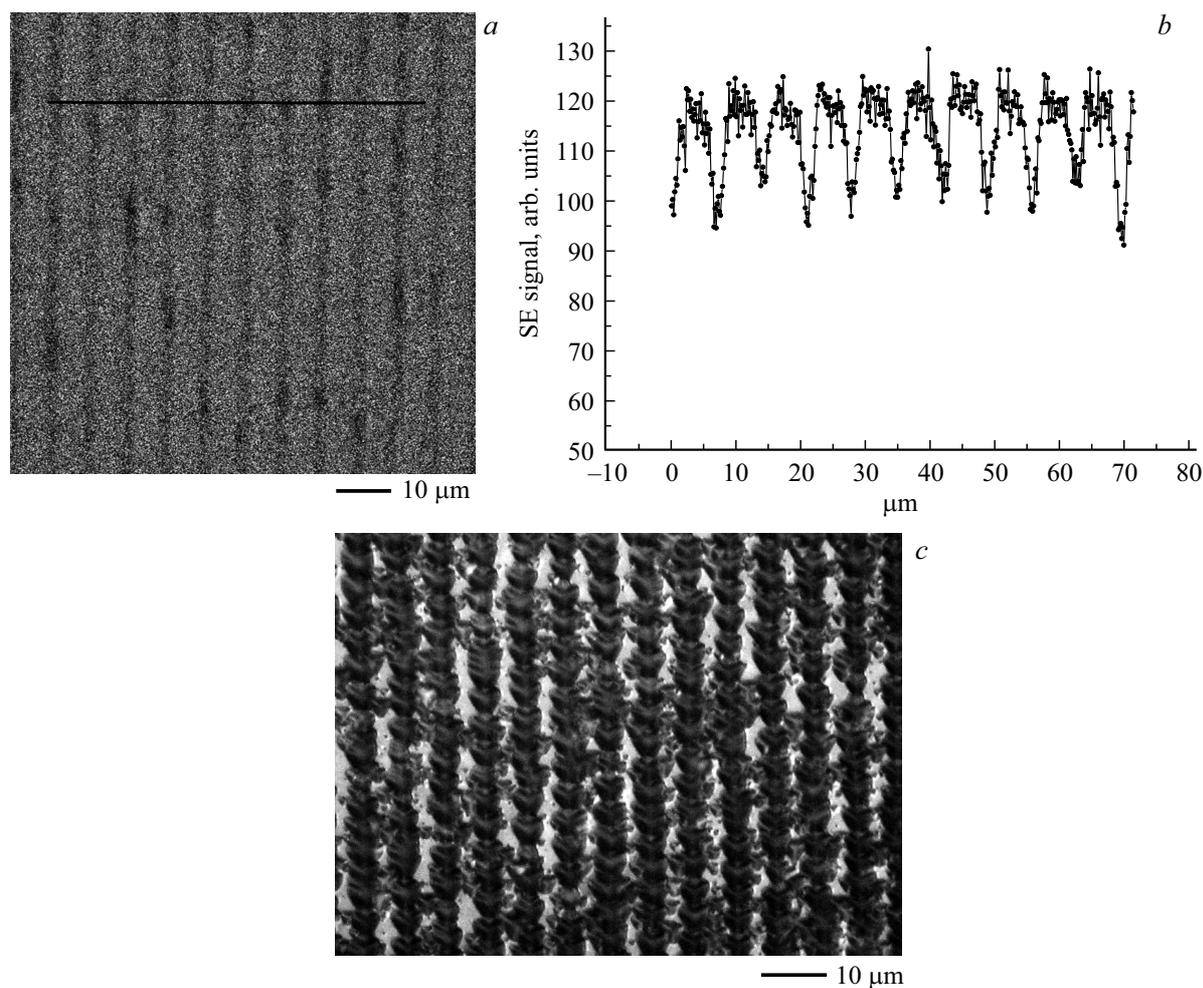


Рис. 6. SE-изображение доменной решетки ($\Lambda = 7 \mu\text{m}$), созданной на $-Z$ -срезе образца RLN — (a); профиль изменения сигнала SE поперек доменных линий решетки — (b); оптическое изображение той же решетки после химического травления — (c).

же структуры. Как следует из картин травления, ряды доменной решетки сформированы близко расположенными по отношению друг к другу доменами треугольной формы, растущими вглубь образца. Важно подчеркнуть, что в отличие от CLN, потенциальные изображения сформированных электронным лучом доменных линий характеризуются понижением сигнала SE по отношению к необлучаемой матрице. Вторичные электроны вылетают из достаточно тонкого слоя поверхности, поэтому ширина доменных линий на SE-изображении немного уже, чем в травленном образце, открывающем структуру после удаления достаточно толстого поверхностного слоя.

4. Обсуждение результатов

Низкоэнергетичные вторичные электроны, вылетающие из тонкого поверхностного слоя кристалла (в диэлектриках \sim сотни Å [33]), обычно очень чувствительны к распределению электрических полей в образце. При сканировании электронным лучом, на поверхности гладких полированных образцов может возникать контраст, связанный с изменением количества SE, детектируемых в SEM. Такой вид контраста называют потенциальным или вольтовым. В зависимости от причин формирования существует несколько видов потенциального контраста [34]. Если потенциал облучаемой поверхности влияет на энергию подлетающих первичных электронов, то возникает потенциальный контраст I типа. При этом, изменение числа SE связано с зависимостью $\sigma(U)$ (см. рис. 1, *c*). Очевидно, что I тип потенциального контраста полностью отсутствует в RLN-кристаллах, т.к. заряд в этих образцах распадается еще до начала исследования доменов. Избыточная зарядка CLN-образцов, влияющая на энергию подлетающих первичных электронов, обычно перед исследованием доменов устранялась. Поэтому эта разновидность контраста в дальнейшем не будет учитываться.

Потенциальный контраст II типа возникает из-за влияния на SE электрических полей в образце. К этому типу контраста относится, например, контраст микросхем [34]. Положительное поле в образце уменьшает число SE, а отрицательное увеличивает. Потенциальный контраст III типа зависит от тангенциальных компонент электрических полей, которые, отклоняя SE, влияют на четкость детектируемых изображений. Отдельно выделяется потенциальный контраст, связанный с существованием спонтанной электрической поляризации (P_s) и ее влиянием на SE в сегнетоэлектрических доменах. Этот потенциальный контраст называется потенциальным контрастом IV типа [34].

Обсудим в рамках этих представлений причины и особенности появления потенциального контраста SE-изображений доменов в CLN и RLN-кристаллах.

Формирование доменов в обоих типах исследуемых кристаллов происходило в результате интенсивной локальной накачки отрицательных зарядов (диапазон $U = 5-25$ kV, соответствует условию $\sigma < 1$).

В результате в образце на глубине вплоть до нескольких микрон возникает область отрицательного пространственного заряда (Q_{sc}). Поле этого заряда (E_{sc}) переключает спонтанную электрическую поляризацию при условии $E_{sc} > E_c$ (коэрцитивное поле $LN - E_c = 2.2 \cdot 10^7$ V/m [35]).

Изображения сформировавшихся доменов были получены после прекращения облучений, когда внедряемый лучом заряд начинает распадаться. Кинетику распада заряда Q_{sc} после завершения процесса записи обычно представляют выражением [36]:

$$Q(t) = Q_{sc} \exp(-t/\tau_M). \quad (1)$$

Из-за разной проводимости исследованных кристаллов процесс распада отрицательного заряда в CLN и RLN протекал с разной скоростью.

В кристаллах CLN из-за отклонения состава от стехиометрического и дефицита Li транспорт заряда на микроскопическом уровне определяется внутренним собственным структурным дефектом Nb_{Li} (Nb-antisites) [35]. Этот тип собственного дефекта является основным центром захвата электронов, способным сохранять заряд длительное время. В кристаллах RLN в результате умеренного восстановительного отжига формируются другие структурные дефекты, так называемые биполярны ($Nb_{Nb} - Nb_{Li}$)²⁻, что, в результате, меняет схему транспорта заряда. Вместо захвата электронов ловушкой Nb_{Li} происходит их захват ловушкой Nb_{Nb} и формирование нестабильного полярона малого радиуса Nb_{Nb}^{4+} . Такая схема транспорта заряда в RLN и приводит к улучшению проводящих свойств этого кристалла [35].

Из-за разных типов ловушек кинетику распада внедренного лучом заряда представим как в [37], в виде быстрой и медленной стадии разрядки

$$Q(t) = Q_{tr} + \Delta Q \exp(-t/\tau). \quad (2)$$

Здесь Q_{tr} — часть заряда Q_{sc} , сохраняющаяся в зоне облучения на некоторой глубине в течение очень длительного времени благодаря захвату на глубокие ловушки (Nb_{Li}); ΔQ — заряд, осевший на неглубоких и поверхностных уровнях; τ — постоянная разрядки, зависящая от свойств материала. В облученных кристаллах RLN преобладает быстрая составляющая разрядки, что не позволило обнаружить следы зарядки после выключения электронного луча. В кристаллах CLN, напротив, из-за большого количества характерного для конгруэнтных образцов структурного дефекта Nb_{Li} распад заряда, по-видимому, происходит в виде двух стадий [37]. После относительно быстрой разрядки неглубоких и поверхностных уровней, доля заряда Q_{tr} сохраняется очень долго и может служить причиной возникновения в зоне записи электронным лучом потенциального контраста II типа. Сохранившиеся заряды в зоне облучений могут создавать внутри диэлектрика локальное отрицательное поле, усиливающее выход SE из этого участка. На Y -срезах светлый SE-контраст формируется не только в зоне

непосредственного облучения, но и в области доменов (рис. 2). Одним из объяснений появления такого контраста на доменах является возможное окружение обычно наклонных доменных стенок облаком зарядов. Судя по экспериментальным результатам, детектируемые размеры зон облучения и ширина шлейфа зарядов, декорирующих домены, существенно уменьшаются спустя месяц после первого просмотра. Видимо, это происходит из-за постепенного распада заряда Q_{tr} . За месяц ширина SE-изображений доменов уменьшилась и стала сопоставимой ширине доменов, определенной ранее методом латеральной PFM-микроскопии [38]. В хорошем согласии с измерениями, выполненными ранее методом PFM [25,38], находятся и представленные на рис. 3 длины доменов. Это говорит о соответствии обнаруженного потенциального контраста II типа на доменных структурах в кристаллах CLN с реальной доменной структурой, сформированной электронным лучом.

В отличие от кристаллов CLN, SE-изображения доменов в RLN-образцах обнаружены только на полярных Z-срезах. Причем контраст доменов формировался из-за снижения сигнала SE в области доменных линий, которые являются положительными доменами, по отношению к остальной части кристалла. Полярность доменов в данном случае подтверждена картинками травления (см. рис. 6, c). Полученный результат совпадает с ранними результатами по исследованию SE-изображений доменов в SEM [13–15]. Если бы изображение доменов разной полярности возникало в результате локального нагрева электронным лучом, то положительные домены должны были иметь более светлое изображение, чем отрицательные, как достоверно показано в [29]. Кроме того, отсутствие каких-либо эффектов зарядки при сканировании электронным лучом по поверхности кристалла RLN говорит о невозможности применения моделей контраста, использованных в [17–23]. Следовательно, наблюдаемый нами доменный контраст вызван не нагревом и не зарядкой электронным лучом, а только влиянием спонтанной электрической поляризации на выход SE из поверхностного слоя доменов. Домены с положительным направлением вектора P_s имеют пониженный сигнал SE. Отметим, что такой тип потенциального контраста невозможен на Y-срезах, когда вектор P_s параллелен поверхности, что подтверждается нашими исследованиями.

Таким образом, более высокая проводимость кристаллов RLN позволила обнаружить еще один тип потенциального контраста — потенциальный контраст IV типа, или контраст сегнетоэлектрических доменов. После формирования методом DEBW изображения PPLN в SEM хорошо соответствовали параметрам и размерам этих же участков кристалла, выявленных химическим травлением.

5. Заключение

Детальное рассмотрение потенциальных SEM-изображений структур, созданных методом DEBW, показало,

что природа выявленного потенциального контраста различна в образцах ниобата лития с разной проводимостью. В высокоомных кристаллах CLN на Z- и Y-срезах, независимо от направления вектора P_s , отрицательные заряды, локализованные в зоне записи на глубоких электронных ловушках, создают в диэлектрике поле, увеличивающее сигнал SE. В результате, при исследовании в режиме SE может возникать потенциальное изображение, соответствующее созданным электронным лучом доменным структурам. Такой тип потенциальных изображений позволяет исследовать взаимосвязь между режимами DEBW и локализацией и распределением электронных зарядов в облучаемых участках и в области сформировавшихся доменов. По потенциальным изображениям на Y-срезах можно достоверно определять размеры созданных доменов и контролировать регулярность и периодичность сформированной области PPLN.

В более проводящих кристаллах RLN при исследовании обнаруживается потенциальный контраст, зависящий от направления спонтанной поляризации доменов — сегнетоэлектрический контраст. Детектируемый сигнал SE с поверхности положительных доменов ниже, чем сигнал SE отрицательной матрицы. В Y-срезах вектор P_s параллелен поверхности и домены в SEM не визуализировались. Данный результат полезен для понимания природы потенциального контраста сегнетоэлектрических доменов в целом.

Автор благодарит за помощь в написании статьи профессора ИК РАН Т.Р. Волк.

Список литературы

- [1] P. Ferraro, S. Grilli, P.D. Natale. *Ferroelectric Crystals for Photonic Applications*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2009).
- [2] J. He, S.H. Tang, Y.Q. Qin, P. Dong, H.Z. Zhang, C.H. Kang, W.X. Sun, Z.X. Shen. *J. Appl. Phys.* **93**, 9943 (2003).
- [3] M. Fujimura, K. Kintaka, T. Suhara, H. Nishihara. *J. Light. Tech.* **11**, 1360 (1993).
- [4] C. Restoin, S. Massy, C. Darraud-Taupiac, A. Barthelemy. *Opt. Mater.* **22**, 193 (2003).
- [5] J. Son, Y. Yuen, S. Orlov, L. Hesselink. *J. Cryst. Growth* **281**, 492 (2005).
- [6] P. Molina, M.O. Ramirez, J. Garcia-Sole, L.E. Bausa. *Opt. Mater.* **31**, 1777 (2009).
- [7] L. Mateos, L.E. Bausa, M.O. Ramirez. *Appl. Phys. Lett.* **102**, 042910 (2013).
- [8] L.S. Kokhanchik, M.V. Borodin, N.I. Burimov, S.M. Shandarov, V.V. Shcherbina, T.R. Volk. *IEEE TUFFC* **59**, 1076 (2012).
- [9] T.R. Volk, L.S. Kokhanchik, R.V. Gainutdinov, Ya.V. Bodnarchuk, S.M. Shandarov, M.V. Borodin, S.D. Lavrov, H. Liu, F. Chen. *J. Lightwave Technology* **33**, 4761 (2015).
- [10] D.S. Chezganov, E.O. Vlasov, M.M. Neradovskiy, L.V. Gimadeeva, E.A. Neradovskaya, M.A. Chuvakova, H. Tronche, F. Dautre, P. Baldi, M.P. De Micheli, V.Ya. Shur. *Appl. Phys. Lett.* **108**, 192903 (2016).
- [11] E. Soergel. *Appl. Phys. B* **81**, 729 (2005).

- [12] R. Prashant Potnis, Nien-Ti Tsou, John E. Huber. *Materials* **4**, 417 (2011).
- [13] R. Le Bihan. *Ferroelectrics* **97**, 19 (1989).
- [14] R. Le Bihan, M. Maussion. *Ferroelectrics* **7**, 307 (1974).
- [15] S. Ikeda, Y. Uchikawa. *J. Electron Microscopy* **29**, 209 (1980).
- [16] G. Rosenman, A. Skliar, I. Lareah, N. Angert, M. Tseitlin, M. Roth. *Phys. Rev. B* **54**, 6222 (1996).
- [17] S. Zhu, W. Cao. *Phys. Status Solidi A* **173**, 495 (1999).
- [18] V.V. Aristov, L.S. Kokhanchik, V.G. Monya. *Ferroelectrics* **70**, 15 (1986).
- [19] A.A. Sogr. *Ferroelectrics* **97**, 47 (1989).
- [20] V.V. Aristov, L.S. Kokhanchik, K.-P. Meyer, K. Blumtritt. *Phys. Status Solidi A* **78**, 229 (1983).
- [21] L.S. Kokhanchik. *Micron* **40**, 41 (2009).
- [22] J. Li, H.X. Yang, H.F. Tian, C. Ma, S. Zhang, Y.G. Zhao, J.Q. Li. *Appl. Phys. Lett.* **100**, 152903 (2012).
- [23] J.M. Saldaña, J.M.C. Moreno, G.A. Schneider. *Key Eng. Mater.* **264-268**, 1185 (2004).
- [24] P.F. Bordui, D.H. Jundt, E.M. Standifer, R.G. Norwood, R.L. Sawin, J.D. Galipeau. *J. Appl. Phys.* **85**, 3766 (1999).
- [25] L.S. Kokhanchik, R.V. Gainutdinov, S.D. Lavrov, E.D. Mishina, T.R. Volk. *Ferroelectrics* **480**, 49 (2015).
- [26] L.S. Kokhanchik, M.N. Palatnikov, O.B. Shcherbina. *Phase Transitions* **84**, 797 (2011).
- [27] J. Cazaux. *J. Appl. Phys.* **85**, 1137 (1999).
- [28] Микроанализ и растровая электронная микроскопия / Под ред. Ф. Морис, Л. Мени, Р. Тиксье / Пер. с франц. под ред. И.Б. Боровского. Металлургия, М. (1985). 392 с.
- [29] K. Tanaka, T. Suhara. *Electronics Lett.* **51**, 923 (2015).
- [30] J.P. Vigouroux, J.P. Duraud, A. Le Moel, C. Le Gressus, D.L. Griscorn. *J. Appl. Phys.* **57**, 3195 (1985).
- [31] O. Norio, I. Takashi. *J. Appl. Phys.* **46**, 1063 (1975).
- [32] L.S. Kokhanchik, Ya.V. Bodnarchuk, T.R. Volk. *J. Appl. Phys.* **122**, 104105 (2017).
- [33] И.М. Бронштейн, Б.С. Фрайман. Вторичная электронная эмиссия. Наука, М. (1969) 408 с.
- [34] H. Seiler. *J. Appl. Phys.* **54**, R1 (1983).
- [35] T. Volk, M. Wochlecke. *Lithium niobate: defects, photorefractive and ferroelectric switching*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2008). 247 p.
- [36] J. Cazaux. *J. Appl. Phys.* **59**, 1418 (1986).
- [37] S. Fakhfakh, O. Jbara, S. Rondot, A. Hadjadj, J.M. Patat, Z. Fakhfakh. *J. Appl. Phys.* **108**, 093705 (2010).
- [38] L.S. Kokhanchik, R.V. Gainutdinov, S.D. Lavrov, T.R. Volk. *J. Appl. Phys.* **118**, 072001 (2015).

Редактор Ю.Э. Кутаев