

Изучение особенностей кристаллов ниобата лития вблизи доменных границ

© Д.В. Иржак, Л.С. Коханчик, Д.В. Пунегов, Д.В. Рощупкин

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук,
Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: irzhak@ipmt-hpm.ac.ru

Представлены результаты исследования доменных границ в LiNbO_3 методами рентгеновской топографии и дифрактометрии и растровой электронной микроскопии. Обнаружено, что область искажений кристаллической решетки вблизи доменных границ разного типа различна и достигает латеральных размеров от 100 до 200 μm . Характер и величина искажений существенным образом зависят от метода формирования доменной структуры. При облучении в растровом микроскопе область кристаллов шириной до 25 μm вблизи границ „хвост-к-хвосту“ заряжается медленнее и в отличие от границ „голова-к-голове“ в режиме вторичных электронов имеет динамическое зарядовое изображение.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 07-02-00318-а и 06-02-16104-а).

PACS: 61.72.ur, 61.05.cp, 77.84.Dy

Для формирования регулярных доменных структур в сегнетоэлектрических кристаллах можно использовать как ростовые, так и послеростовые методы. Доменные границы в кристаллах обладают характерными свойствами. В настоящей работе представлены результаты исследований доменных границ типа „хвост-к-хвосту“ и „голова-к-голове“ в образцах ниобата лития. Кристаллы были сформированы методом послеростовой термоэлектрической обработки вблизи температуры Кюри [1], когда к образцу в процессе протягивания через зону градиента температуры прикладывается знакопеременное электрическое поле, и ростовым методом в условиях приложения к кристаллу знакопеременного электрического поля непосредственно в процессе вытягивания из расплава [2]. Исследовавшиеся доменные структуры характерны тем, что векторы спонтанной поляризации в соседних доменах направлены встречно друг к другу и нормально к доменным границам. Таким образом, в кристалле присутствуют доменные границы двух типов: „голова-к-голове“, когда векторы спонтанной поляризации направлены навстречу друг другу (положительно заряженные доменные границы), и „хвост-к-хвосту“ в обратной конфигурации векторов спонтанной поляризации (отрицательно заряженные доменные границы). Такие границы в ниобате лития могут различаться между собой как примесным составом, так и соотношением Li/Nb [3,4].

Для исследования были использованы методы рентгеновской топографии и дифрактометрии, так как коротковолновое рентгеновское излучение чувствительно к деформационным искажениям на доменных границах [4–6]. Детально метод исследования описан в [5]. Также в работе был использован метод растровой электронной микроскопии (РЭМ), который позволяет изучать доменные структуры под воздействием пучка электронов [7].

На рис. 1 представлены топограмма и карта распределения дифрагированной рентгеновской интенсивности

для образца кристалла LiNbO_3 с регулярной доменной структурой, полученной непосредственно в процессе его выращивания методом Чохральского. Вблизи положительных и отрицательных доменных границ наблюдается отклонение углового положения максимума кривой качания от положения угла Брэгга для монокристаллической матрицы. Этим обусловлено наличие контраста, наблюдаемого на топограмме. Отсутствие значительного изменения интенсивности дифрагированного излучения в области доменных границ, свидетельствует о том, что с

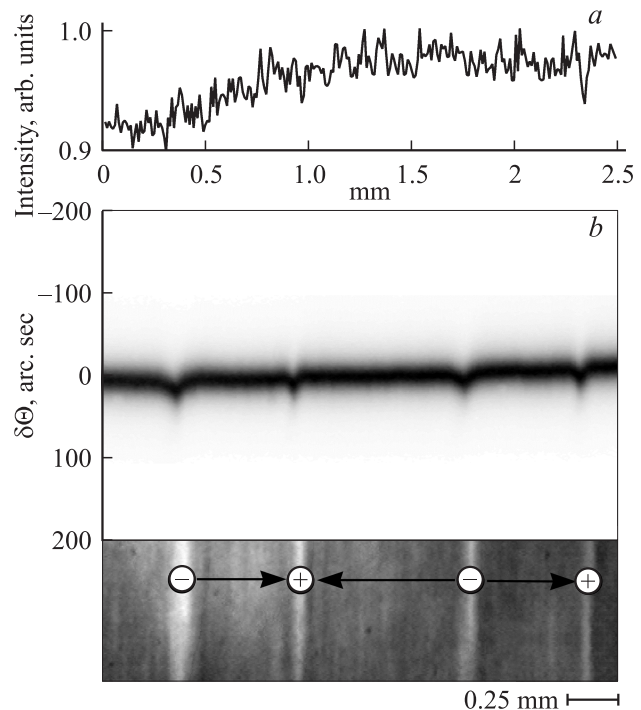


Рис. 1. Карта распределения дифрагированной интенсивности (a) и топограмма (b) кристалла LiNbO_3 с доменной структурой, полученной непосредственно в процессе выращивания кристалла методом Чохральского.

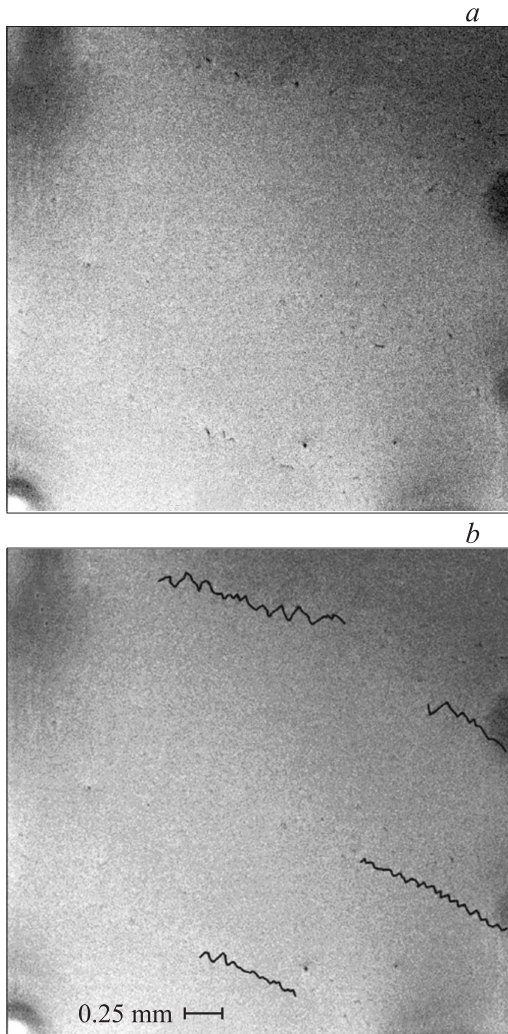


Рис. 2. а) РЭМ-изображение доменной границы типа „хвост-к-хвосту“ в кристалле LiNbO_3 с доменной структурой, полученной непосредственно в процессе роста кристалла, в режиме вторичных электронов при отрицательной зарядке поверхности. б) Реставрированный зигзагообразный вид доменных границ „хвост-к-хвосту“.

точки зрения структурного совершенства данная область практически идентична монодоменному кристаллу. Вместе с тем ширина деформированной области вокруг положительно заряженных границ меньше, чем у границ с противоположным знаком заряда.

При исследовании этих же кристаллов в растровом электронном микроскопе было обнаружено, что область высокой эмиссии низкоэнергетичных вторичных электронов в необлученных образцах совпадает с доменной границей типа „хвост-к-хвосту“. Сами доменные границы, выявленные при отрицательной зарядке поверхности, обладают зигзагообразной формой. Данная конфигурация границы является наиболее выгодной для компенсации объемного заряда, возникающего на положительно или отрицательно заряженной доменной стенке. При зарядке поверхности электронным зондом данные

доменные стенки имели особое зарядовое изображение в местах изгиба и разворота доменных границ. Неискаженная область доменной стенки в свою очередь характеризовалась зарядовым контрастом, исчезающим за время, необходимое для получения изображения. По этой причине на изображении, полученном в растровом электронном микроскопе, данная граница наблюдается в виде ряда темных точек (рис. 2). Общая конфигурация „реставрированной“ доменной стенки приведена рядом.

Детальные исследования кристаллов ниобата лития с доменной структурой, сформированной методом послеростовой термоэлектрической обработки, представлены нами в работе [8]. Как видно из рис. 3, в отличие от предыдущего образца в данном кристалле наблюдаются значительные искажения кристаллической решетки в области доменных границ. Положительные и отрицательные доменные стенки имеют различную эффективную толщину, причем отрицательная доменная граница обладает существенно большей областью искажения кристаллической решетки по сравнению с положительной доменной границей. При сравнении изменений интенсивности дифрагированного излучения видно, что в области доменных границ этих кристаллов присутствует большее количество дефектов кристаллической структуры, чем в кристаллах первого типа. Концентрация дефектов различна и для границ разного знака. В [9] это явление связывается с различной подвижностью положительно и отрицательно заряженных собственных дефектов, при-

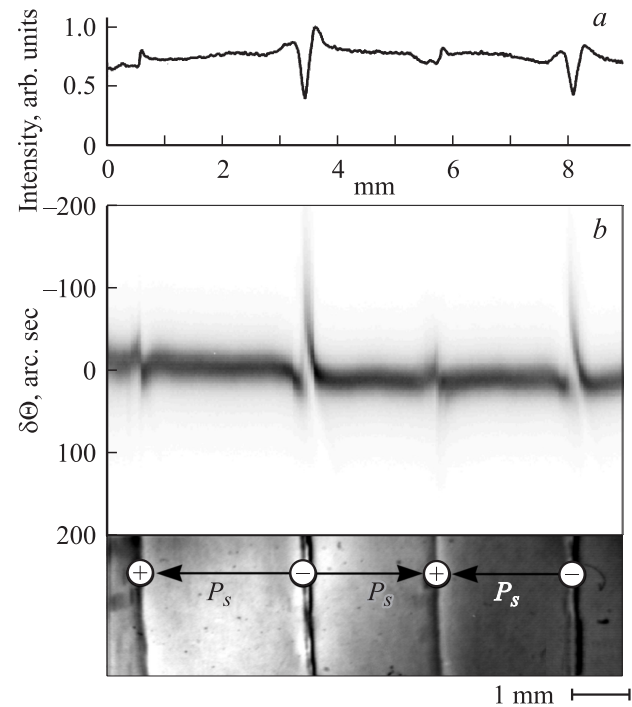


Рис. 3. Карта распределения дифрагированной интенсивности (а) и топограмма (б) кристалла LiNbO_3 с доменной структурой, полученной методом послеростовой термоэлектрической обработки.

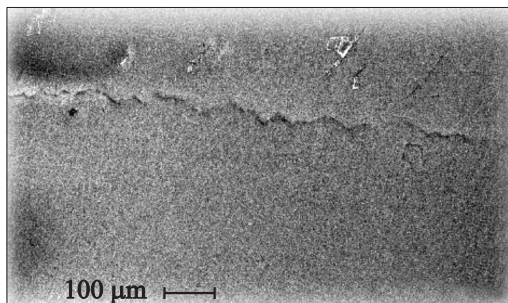


Рис. 4. РЭМ-изображение границы типа „хвост-к-хвосту“ в кристалле LiNbO_3 с доменной структурой, полученной методом послеростовой термоэлектрической обработки, в режиме вторичных электронов при отрицательной зарядке поверхности.

существующих в конгруэнтных кристаллах ниобата лития и экранирующих поляризационные заряды границ.

Исследования данного образца с использованием раствора электронного микроскопа показали, что доменная граница „хвост-к-хвосту“ в отличие от предыдущего кристалла более гладкая и имеет равномерное зарядовое изображение шириной до $25 \mu\text{m}$ (рис. 4). Граница „голова-к-голове“ при облучении электронами динамического зарядового контраста не обнаруживалась. Данный результат согласуется с предположением о компенсации заряда отрицательных и положительных границ при помощи точечных дефектов разного типа, которые в свою очередь по-разному влияют на динамику зарядки этих областей под пучком электронов.

Таким образом, в ходе проведенных исследований было обнаружено, что характер искажения кристаллической решетки вблизи доменных границ существенно зависит как от метода формирования доменной структуры, так и от типа границы. Вблизи границ „хвост-к-хвосту“ и „голова-к-голове“ концентрируются дефекты, по-разному влияющие на зарядку поверхности при ее облучении электронами.

Список литературы

- [1] N.A. Sorokin, V.V. Antipov, A.A. Blistanov. *Ferroelectrics* **167**, 267 (1995).
- [2] Б.С. Редькин, Д.В. Иржак, Д.В. Рошчупкин. *Изв. РАН. Сер. физ.* **68**, 839 (2004).
- [3] Nai-ben Ming, Jing-fen Hong, Duan Feng. *J. Mater. Sci.* **17**, 1663 (1991).
- [4] M. Gonzalez-Manas, B. Vallejo, M.A. Caballero. *J. Appl. Cryst.* **38**, 1012 (2005).
- [5] В.В. Антипов, Д.В. Иржак, Д.В. Рошчупкин, С.А. Щетинкин. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования* **2**, 61 (2006).
- [6] D. Irzhak, D. Roshchupkin, D. Punegov. *Ferroelectrics* **351**, 163 (2007).

- [7] Л.С. Коханчик. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования* **8**, 40 (2002).
- [8] Л.С. Коханчик, Д.В. Иржак, В.В. Антипов. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования* **7**, 41 (2008).
- [9] V.V. Antipov, A.A. Blistanov, E.D. Roshchupkina, R. Tucoulou, L. Ortega, D.V. Roshchupkin. *Appl. Phys. Lett.* **85**, 5325 (2004).