

Регулярные доменные структуры, созданные электронным лучом в стехиометрических кристаллах LiNbO_3

© Л.С. Коханчик¹, М.Н. Палатников², О.Б. Щербина²

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Московская обл., Россия

²Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева КНЦ РАН, Апатиты, Мурманская обл., Россия

E-mail: mlk@iptm.ru

Осуществлена электронно-лучевая запись регулярных доменных структур в Z-срезах кристаллов LiNbO_3 толщиной 0.75 mm стехиометрического и близкого к стехиометрическому составов. Кристаллы выращены методом Чохральского из расплава с избытком Li_2O (58.6 mol.%) и из расплава конгруэнтного состава в присутствии 6 wt.% щелочного растворителя (флюса) — K_2O . В обоих кристаллах определены пороговые дозы заряда, необходимые для формирования индивидуальных доменов, и найдены оптимальные условия рисования периодических структур путем последовательных локальных облучений. Доменные решетки похожего типа (периоды 6.5; 7 и 10 μm) сформированы в обоих типах стехиометрических кристаллов.

Работа частично поддержана РФФИ (гранты © 09-02-00609а и 09-03-00141а).

В настоящей работе исследуются возможности электронно-лучевой записи регулярных доменных структур (РДС) в стехиометрических кристаллах LiNbO_3 . Доменные структуры формировались в двух типах кристаллов. Стехиометрический кристалл LiNbO_3 первого типа (SLN) был выращен методом Чохральского из расплава, обогащенного Li_2O (~ 58.6 mol.% Li_2O) [1]. Такие кристаллы из-за значительного различия в составах расплава и кристалла характеризуются сильно неоднородным показателем преломления вдоль оси роста и мало пригодны для практического применения. Второй кристалл был выращен из расплава конгруэнтного состава, содержащего добавку 6 wt.% щелочного растворителя (флюса) — K_2O [2]. Расплав в пересчете содержит почти 58 mol.% родственных щелочных компонентов (48.6 mol.% Li_2O + 9.3 mol.% K_2O), что определяет его структуру и позволяет получать кристаллы LiNbO_3 очень близкие по составу и свойствам к стехиометрическим (NSLN), но в то же время не уступающие по однородности конгруэнтным (CLN) [2,3]. По данным работы [4] NSLN является несколько более дефектным, чем SLN, и обладает пониженным фоторефрактивным эффектом по сравнению со SLN и CLN.

Для рисования РДС оптически полированные Z-срезы толщиной 0.75 mm, изготовленные из кристаллов SLN и NSLN, облучались в растровом электронном микроскопе с управляемым электронным лучом ($E = 25 \text{ keV}$, $I = 0.1\text{--}0.25 \text{ nA}$). Для создания однородного электрического поля на противоположную $+z$ -поверхность напылялся Al, и образцы заземлялись. Локальные зоны облучения размерами $S_{\text{ит}} = 1 \times 1$ и $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}$ выстраивались с интервалами в 1 или 1.5 μm по линиям. Расстояния между линиями для разных структур менялись от 6.5 до 10 μm . Периодические линии рисовались параллельно X- или Y-направлению на площади кристалла ~ 500 × 500 μm^2 . После этого образцы травились в течение ~ 60 s в растворе $\text{HF} + 2\text{HNO}_3$ при нагреве. Затем РДС исследовались в оптическом микроскопе

марки Zeiss Axioplan 2 и в атомно-силовом микроскопе Nano-R2TM.

Пороговые величины заряда, необходимые для зарождения индивидуальных доменов, при 25 keV в SLN и NSLN несколько различались, но были близки: $Q_{\text{NSLN}} \leq 1 \cdot 10^{-11} \text{ C}$ и $Q_{\text{SLN}} \sim 1.2 \cdot 10^{-11} \text{ C}$. В обоих кристаллах при пороговых и близких к ним величинах Q форма доменов была треугольной. Средний радиус треугольных доменов, определенный по их площади, $r_d \sim 2.5 \mu\text{m}$ для SLN и ~ 4 μm для NSLN. Несмотря на их различие, размеры области переключения для обоих кристаллов превышают размеры зон облучения, что связано, видимо, с дрейфом электронов в облучаемом участке [5]. В SLN при увеличении величины внедряемого заряда в отличие от NSLN [6] не было обнаружено постепенной трансформации треугольных зародышей к гексагональной форме. В SLN с ростом величины внедряемого заряда происходило только увеличение числа мелких треугольных зародышей, возникших в зоне облучения (рис. 1, *a, b*). Индивидуальные домены в SLN не дорастали до противоположной стороны при расстояниях между облучениями в 30, 20 и 10 μm . В NSLN переход от 30 μm интервала к интервалу в 20 μm уже приводил к прорастанию значительной части доменов до противоположной $+z$ -стороны образца толщиной 0.75 mm [6]. Обнаруженные различия в формировании индивидуальных доменов могут быть связаны как с различиями в составе кристаллов, так и с особенностями дефектных структур SLN и NSLN [4], влияющими на концентрацию электронных ловушек в зоне облучения и соответственно на электрическое поле, создаваемое захваченными на ловушки внедренными электронным лучом зарядами.

При формировании РДС интервалы между отдельными облучениями были сравнимы с размерами облучаемых участков кристалла. Такое более плотное распределение внедряемых зарядов привело к двукратному снижению пороговых доз зарождения доменов и

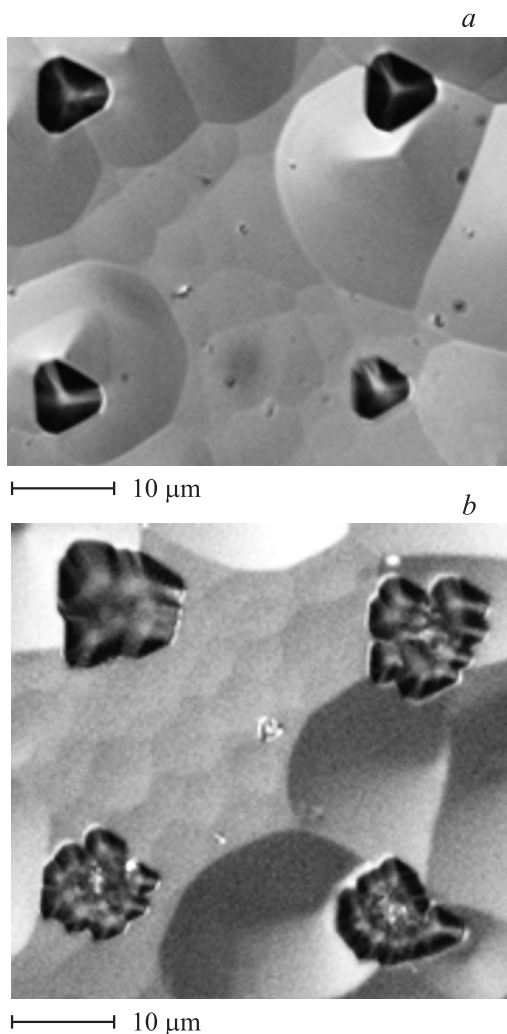


Рис. 1. Оптическое изображение переключенных электронным лучом участков кристалла на $-z$ -стороне SLN при различных величинах заряда. $Q = 12$ (a) и $Q = 52$ pC (b).

их успешному прорастанию до противоположной $+z$ -стороны в обоих типах кристаллов. При формировании периодических доменных линий из слившихся треугольных доменов шириной $4-5 \mu\text{m}$ на облучаемой $-z$ -стороне, до противоположной $+z$ -стороны кристаллов SLN и NSLN дорастали отдельные треугольные домены рис. 2a, b. Подобный тип РДС структур, формируемый электронным лучом в объеме кристаллов, является, по-видимому, характерным для кристаллов LiNbO_3 и LiTaO_3 толщиной несколько сотен микрометров из-за небольшого наклона вертикальных доменных стенок относительно оси Z [7,8]. Следует отметить, что в отличие от исследованных нами стехиометрических кристаллов домены в CLN создаваемые электронным лучом, имели не треугольную, а гексагональную форму [8].

Важным фактором в формировании РДС является оптимальный подбор технологических параметров рисования электронным лучом. При недостаточной величине внедряемого заряда доменная линия, формируемая

последовательно соединенными треугольными доменами на облучаемой $-z$ -стороне, может изменить направление. В результате доменные линии РДС могли быть извилистыми и прерывистыми. Избыток внедряемого заряда электронов приводит к чрезмерному латеральному разрастанию и даже слиянию соседних доменных линий. На ширину линий на облучаемой $-z$ -стороне кристаллов также существенно влияет выбор кристаллографического направления рисования [7]. Более узкие линии при прочих равных технологических параметрах рисования получались при использовании Y -направлений. Напротив, рисование вдоль X -направления приводило к формированию доменных линий с разными доменными стенками: прямой и зигзагообразной. Зигзагообразная доменная граница особенно быстро перемещается в боковом направлении, приводя к избыточному латераль-

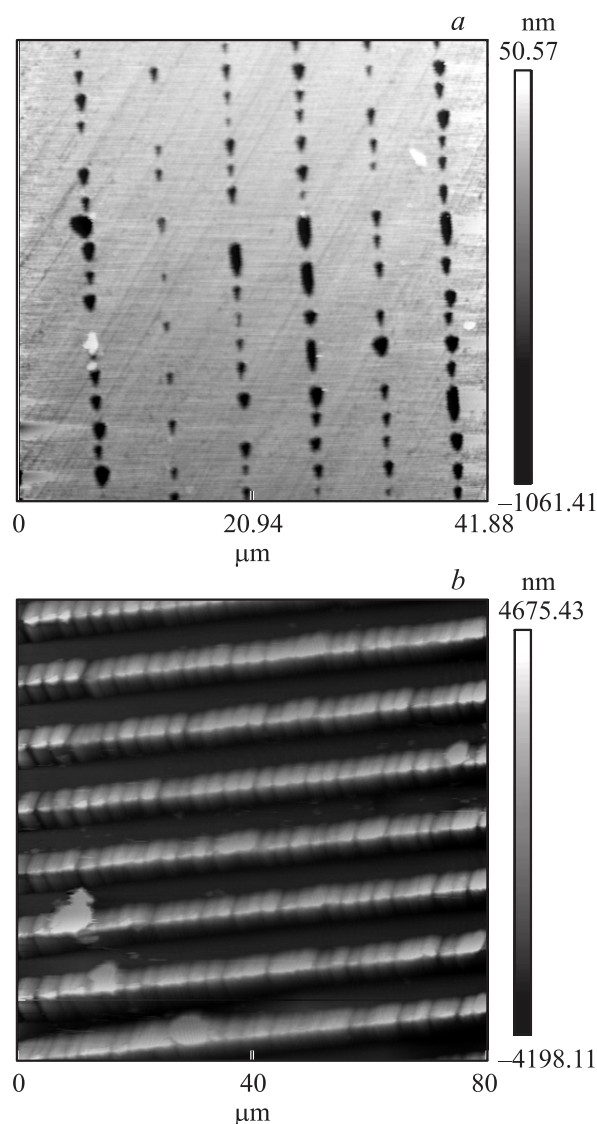


Рис. 2. АСМ-изображение двух РДС в NSLN после химического травления, рисование лучом вдоль Y -направления, $Q = 5$ pC. a — $+z$ -сторона, период $6.5 \mu\text{m}$; b — $-z$ -сторона, период $10 \mu\text{m}$.

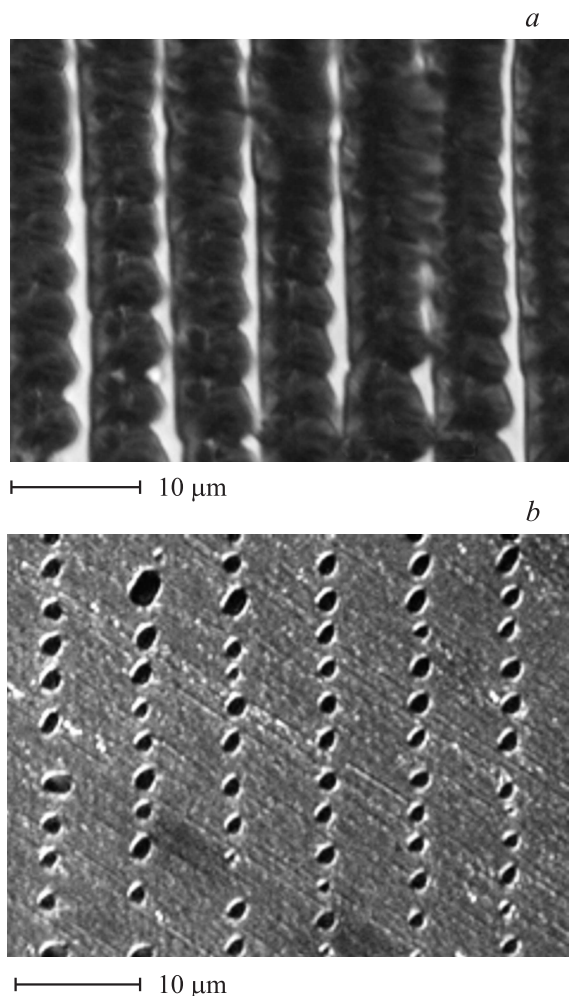


Рис. 3. Оптическое изображение РДС в SLN после химического травления, рисование лучом вдоль X направления, период $7\ \mu\text{m}$, $Q = 5\ \text{pC}$. a — облучаемая сторона ($-z$), b — необлучаемая сторона ($+z$).

ному расширению переключаемых лучом зон кристалла. Это почти не влияло на доменную структуру на противоположной стороне образца при условии использования оптимальных доз внедряемого заряда (рис. 3, a, b).

Несмотря на некоторые различия в формировании индивидуальных доменов, для обоих типов кристаллов (SLN и NSLN) толщиной в $0.75\ \text{mm}$, были найдены близкие оптимальные технологические условия для создания РДС с периодами в $10, 7$ и $6.5\ \mu\text{m}$. Периодические доменные решетки, созданные при рисовании лучом по $-z$ - стороне, на $+z$ -стороне состояли из отдельных треугольных доменов.

Список литературы

- [1] Ю.С. Кузьминов. Электрооптический и нелинейно-оптический кристалл ниобата лития. Наука, М. (1987). 264 с.
- [2] Р.Н. Баласаян, В.Т. Габриелян, Л.М. Казарян. Докл. НАН Армении. Физика **100**, 134 (2000).

- [3] G.I. Malovichko, V.G. Grachev, E.P. Kokanyan, O.F. Schirmer, K. Betzler, B. Gather, F. Jermann, S. Klauer, U. Schlarb, M. Wohlecke. Appl. Phys. A **56**, 103 (1993).
- [4] Н.В. Сидоров, М.Н. Палатников, В.Т. Габриелян, П.Г. Чуфырев, В.Т. Калинин. Неорган. материалы, **43**, 66 (2007).
- [5] Ф.А. Лукьянов, Э.И. Рау, Р.А. Сеннов. Изв. РАН. Сер. физ. **83**, 463 (2009).
- [6] L.S. Kokhanchik, M.N. Palatnikov, O.B. Shcherbina. Phase Trans. **84** (9–10), 797 (2011).
- [7] Л.С. Коханчик, Д.В. Иржак. ФТТ **52**, 285 (2010).
- [8] 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).