06,04

Диэлектрические свойства тонких пленок частично дейтерированного бетаинфосфита с крупно- и мелкоблочной структурой

© Е.В. Балашова¹, Б.Б. Кричевцов¹, Е.И. Юрко¹, Г.А. Панкова²

 ¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
 ² Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург, Россия
 E-mail: balashova@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 14 апреля 2014 г.)

Тонкие сегнетоэлектрические пленки частично дейтерированного бетаинфосфита (DBPI) выращены методом испарения на подложках NdGaO₃ с предварительно нанесенной на них системой встречно-штыревых электродов. Блочная структура пленок представляет собой текстуру, в которой полярная ось *b* ориентирована в плоскости, а ось a^* перпендикулярна плоскости пленки. Типичные размеры монокристаллических блоков в пленках DBPI значительно превышают расстояние между электродами встречно-штыревой системы $(d = 50 \,\mu\text{m})$, однако нами были также получены пленки DBPI с блочной структурой, имеющей характерные размеры порядка *d*. Исследования диэлектрических свойств пленок показали, что размеры блочной структуры слабо влияют на поведение слабосигнального отклика, который в области фазового перехода характеризуется сильной аномалией емкости структуры при $T = T_c$ и стеклоподобным поведением *C* и tg δ в области температур 120–200 К. В отличие от этого низкочастотный сильносигнальный диэлектрический отклик (петли диэлектрического гистерезиса) в структурах с мелкими блоками существенно отличается от наблюдаемого для крупноблочных структур. Различие в частотном поведении петель гистерезиса в крупно- и мелкоблочных структурах связывается с ограничением движения доменных стенок в случае мелких блоков.

1. Введение

Поиск новых функциональных монокристаллических и пленочных сегнетоэлектрических (и родственных) материалов в настоящее время представляет интерес, поскольку они используются для создания устройств памяти, сенсоров различных полей, элементов СВЧ-микроэлектроники. Существует потребность в разработке экологически чистых сегнетоэлектриков, не содержащих тяжелых металлов (в том числе свинца), циркония и т. п. Возможными кандидатами для этих целей могут служить органические сегнетоэлектрики, кристаллическая структура которых построена из ионов кислорода, водорода, углерода и азота [1,2], а также аминокислотные сегнетоэлектрики представляющие собой комбинацию различных аминокислот и неорганических кислот и солей [3,4].

Недавно было показано, что тонкие пленки аминокислотных сегнетоэлектриков, в частности бетаинфосфита (BPI), глицинфосфита (GPI) и их дейтерированных аналогов (DBPI и DGPI), можно получать методом испарения на различных подложках [5–12]. Блочная структура пленок BPI (DBPI) представляет собой текстуру, состоящую из крупных монокристаллических блоков с характерными размерами порядка миллиметра, в которых, как показали результаты рентгенодифракционных исследований, полярная ось *b* ориентирована в плоскости пленки, а ось a^* перпендикулярна этой плоскости [8,9]. В отличие от этого пленки GPI (DGPI) кристаллизуются в виде мелкоблочной текстуры с характерными размерами порядка $50-100 \,\mu$ m. Направление полярной оси ориентировано в плоскости пленки, а оси c^* — нормально к ней [11,12].

Поскольку в сегнетоэлектрической фазе при $T < T_c$ электрическая поляризация **Р** в структурах ВРІ и GРІ ориентируется в плоскости пленки, для изучения диэлектрических свойств используется встречно-штыревая структура (ВШС) электродов, с помощью которой можно создавать электрическое поле, ориентированное в плоскости структуры. Переход пленок в сегнетоэлектрическое состояние при $T = T_c$ сопровождается сильной аномалией емкости *C*, зависящей от приложенного смещающего электрического поля E_{bias} , и появлением петель диэлектрического гистерезиса при $T < T_c$.

Частотные зависимости петель гистерезиса в структурах DBPI и DGPI, оказываются существенно различными. При $T < T_c$ в структурах DBPI в широком температурном интервале петли на низкой частоте ($f \sim 60$ Hz) закрыты, т. е. коэрцитивное поле E_c и остаточная поляризация P_r равны нулю. Раскрытие петель происходит при увеличении частоты [9]. В структурах GPI петли на низкой частоте открываются сразу при переходе в СЭ состояние. Увеличение частоты в этом случае, наоборот, приводит к уменьшению E_c и P_r [11,12]. Для объяснения необычного поведения петель диэлектрического гистерезиса в структурах DBPI была предложена модель, основанная на учете того факта, что при измерениях петель с помощью BIIIC электродов состояниями насыщения являются состояния с неоднородным распределением поляризации. В идеальном случае точного совпадения полярной оси b с нормалью к направлению штырей ВШС — это система полосовых доменов, ориентированных вдоль штырей ВШС, в которых поляризация перпендикулярна штырям. Если учесть, что в отсутствие поля в одноосном сегнетоэлектрике имеются доменные стенки, ориентированные вдоль полярной оси [13], то ясно, что переход от одного состояния насыщения к другому может происходить путем движения доменных стенок, а зарождение доменов другой фазы необязательно. При этом петля может не раскрываться на низких частотах до тех пор, пока стенки успевают отслеживать изменения поля. Для реализации такой модели необходимо, чтобы, во-первых, доменные стенки могли двигаться в областях значительно превышающих расстояние между электродами ВШС ($d \sim 50 \, \mu m$), что возможно, если размеры кристаллических блоков существенно больше *d*. Во-вторых, толщина пленки должна быть больше, чем толщина электродов ВШС ($\sim 0.3 \, \mu m$). В противном случае процесс переключения должен реализоваться аналогично тому, как это происходит в плоскопараллельном конденсаторе, т.е. проходить этапы зарождения доменов другой фазы, движения доменных стенок, и характеризоваться открытыми петлями на самых низких частотах [13].

Косвенным подтверждением смены механизма переключения при изменении толщины пленки является изменение частотного поведения петель гистерезиса с температурой в структурах DBPI с неоднородным распределением дейтерия по толщине пленки [10]. В таких структурах температура перехода Т_с зависит от координаты z, отсчитываемой от интерфейса пленка-подложка, и достигает минимального значения $T_c(h)$ на верхней границе пленки (z = h). Благодаря этому при понижении температуры ниже $T = T_c(0)$ на интерфейсе возникает межфазная граница сегнетоэлектрик/параэлектрик, которая постепенно продвигается к верхней границе пленки, что с хорошим приближением можно считать эквивалентом изменения толщины сегнетоэлектрической пленки. При этом петли гистерезиса на низкой частоте сначала открываются при $T \leq T_c(0)$, а затем закрываются при $T \sim T_c(h)$, когда вся пленка переходит в сегнетоэлектрическое состояние.

Наблюдение раскрытых при низкой частоте петель диэлектрического гистерезиса в структурах DGPI, имеющих размеры блоков, сравнимые с расстоянием между электродами ВШС, также можно объяснить в рамках предложенной модели [11,12]. В то же время различия механизмов переключения в одном и том же типе структур в образцах с различными размерами блоков до сих пор не наблюдалось. Поэтому целью настоящей работы является сравнение слабо- и сильносигнального диэлектрического отклика в пленках частично дейтерированного бетаин фосфита DBPI, различающихся характерными размерами блочной структуры.

2. Методика

Пленки частично дейтерированного бетаинфосфита DBPI выращивались методом испарения раствора монокристаллов ВРІ в тяжелой воде D₂O на подложках NdGaO₃(001). Предварительно на подложки методом фотолитографии наносилась встречно-штыревая система золотых электродов. Длина, ширина и высота штырей составляли 4 mm, 50 и 0.3 µm соответственно, число электродов N = 35. Общая площадь ВШС $S \sim 28 \text{ mm}^2$. Блочная структура пленок анализировалась с помощью поляризационного микроскопа на отражение (ЛабоПол-3). В настоящей работе представлены результаты для двух пленок, одна из которых (№ 1) имела характерные размеры блоков $\sim 50-100\,\mu{\rm m}$, сравнимые с расстоянием между электродами ВШС ($d = 50 \,\mu m$), а другая (№ 2) состояла из одного большого блока, покрывающего всю систему электродов. Толщина пленок составляла 1 и 3 µm для структур № 1 и 2 соответственно.

Диэлектрические свойства (емкость С и тангенс угла диэлектрических потерь tg δ) структур в случае слабосигнального отклика определялись с помощью измерителя LCR-meter MIT 9216-А на частотах 0.12, 1, 10, 100 kHz в температурном диапазоне 100-300 К. Измерения проводились как в отсутствие, так и при приложении к образцу смещающего поля $U_{\rm bias} \leq 40$ V. Петли диэлектрического гистерезиса измерялись с помощью схемы Сойера-Тауэра в частотном диапазоне 60Hz-2kHz с помощью генератора ГЗ-123 и цифрового осциллографа GDS-71062А. Измерялись зависимости выходного напряжения U_P , снимаемого со схемы Сойера–Тауэра, от входного напряжения U_E. Из полученных петель определялись напряжения Uc, пропорциональное коэрцитивному полю E_c ; U_P^r , пропорциональное остаточной поляризации P_r; U^s_P, пропорциональное поляризации насыщения P_s .

3. Результаты эксперимента

На рис. 1 представлены температурные зависимости емкости в структурах № 1 и 2 на различных частотах. Диэлектрическая аномалия в них проявляется в виде максимума C при $T_c = 235.9$ и 226.7 К соответственно. Обе пленки обладают значениями Т_с, близкими к величине для номинально чистого ВРІ ($T_c \sim 210-220 \, \text{K}$), что свидетельствует о низкой степени их дейтерирования $(D \sim 10\%)$. На вставках к рис. 1 показаны температурные зависимости обратной емкости пленок $C_f^{-1}(T)$, где $C_f = C - C_{sub}, C_{sub}$ — емкость структуры в отсутствие пленки DBPI. Когда толщина пленки много меньше, чем период ВШС, величина С f линейно связана с диэлектрической проницаемостью ε_b DBPI. Коэффициент пропорциональности определяется геометрическим фактором, зависящим от конфигурации электродов, и ориентации полярной оси b в блоках относительно нормали к штырям ВШС. В обеих структурах в парафазе наблюдается



Рис. 1. Температурная зависимость емкости структуры \mathbb{N}_{2} 1 (*a*) и 2 (*b*) на частотах 100 (*1*), 10 (*2*), 1 (*3*) и 0.12 kHz (*4*). На вставках — температурные зависимости C_{f}^{-1} .

линейная зависимость C_f^{-1} от $T - T_c$, соответствующая закону Кюри–Вейсса. В сегнетофазе эта зависимость не линейна, что указывает на сильный вклад в емкость пленки движения доменных стенок.

Ниже перехода в обеих структурах в области температур $\Delta T = 120-200$ К наблюдается частотная дисперсия емкости и тангенса угла диэлектрических потерь tg δ (рис. 2). В этой области температур, несмотря на то что в DBPI уже реализовалось упорядочение с дальним порядком, описываемое параметром порядка **P**, проявляются свойства, характерные для стеклоподобного состояния. К ним можно отнести, во-первых, частотную дисперсию емкости *C* и tg δ (и, следовательно, ε' и ε'') (рис. 2) в широком интервале частот и, во-вторых, различие температурных зависимостей tg δ при нагревании и охлаждении (рис. 3), скачкообразное изменение tg δ при немонотонной скорости изменения температуры (рис. 4).

В области 120–200 К температурная зависимость tg δ при охлаждении (рис. 2, c) имеет максимум, положение которого при уменьшении частоты сдвигается вниз по

температуре, что свидетельствует о наличии релаксационного вклада в диэлектрические потери. Следует отметить, что зависимости tg $\delta(T)$ имеют сложную структуру и состоят из нескольких перекрывающихся максимумов при различных температурах. Это явно проявляется на температурных зависимостях tg δ , измеренных при нагревании (рис. 2, d и 3). На них можно четко выделить два максимума, один из которых при $T \sim 190 \, {
m K}$ очень слабо зависит от частоты, а второй сдвигается с частотой. Можно заметить, что на зависимостях tg $\delta(T)$, полученных при охлаждении (рис. 2, c), также присутствуют два максимума, но с отличным от случая нагрева соотношением между их амплитудами. Таким образом, в области температур 120-200 К в диэлектрических потерях проявляется температурный гистерезис, т.е. состояние образца при $120 < T < 200 \, \text{K}$, полученное при охлаждении, отличается от состояния при той же температуре, полученного при нагреве. Приложение смещающего поля приводит к уменьшению частотной дисперсии С, что проявляется в уменьшении различий в величинах емкости на разных частотах, и подавлению диэлектрических потерь (рис. 3, b).

На рис. 4, а представлены температурные зависимости tg δ в структуре № 1, полученные при немонотонном охлаждении. В области температур 170-200 К наблюдаются скачкообразные изменения tg δ , причем положения скачков по шкале температуры совпадают с максимумами производной температуры по времени dT/dt. На рис. 4, b показаны зависимости tg δ и скорости изменения температуры dT/dt от времени t измерения. Средняя скорость изменения температуры в этом эксперименте составляла $dT/dt \sim 0.03$ K/s, но в определенные моменты времени происходили быстрые скачки dT/dt до величины 0.1–0.2 K/s, соответствующие узким пикам на зависимости dT/dt(t). Положение этих пиков соответствует скачкам на зависимости tg $\delta(T)$, которые проявляются в относительно узком температурном диапазоне $T \sim 170-200$ К (рис. 4, *b*). При монотонном изменении температуры скачки на зависимости tg $\delta(T)$ отсутствуют. Похожее поведение наблюдалось в структуре № 2 (рис. 4, с). Присутствие скачков на зависимости tg $\delta(T)$ (рис. 4, *a*) свидетельствует о том, что диэлектрические потери в пленке реагируют на быстрые изменения температуры не мгновенно, а с некоторым (довольно большим) временем релаксации, что характерно для стеклоподобного состояния. Аналогичные скачки наблюдались, например, при изучении магнитной восприимчивости в спиновых стеклах [14].

На рис. 5 представлены петли диэлектрического гистерезиса в структуре № 1, измеренные на частоте f = 60 Hz после вычитания из зависимостей $U_P(U_E)$ линейного в области насыщения вклада, обусловленного емкостью структуры. В отличие от крупноблочных структур петли диэлектрического гистерезиса открываются сразу после перехода пленки в сегнетоэлектрическое состояние. При повышении частоты происходит



Рис. 2. Температурные зависимости *C* (*a*, *b*) и tg δ (*c*, *d*) в структуре № 1 при охлаждении (*a*, *c*) и в структуре № 2 при нагреве (*b*, *d*) на частотах 100 (*I*), 10 (*2*), 1 (*3*) и 0.12 kHz (*4*).

небольшое уменьшение коэрцитивного поля и остаточной поляризации аналогично тому, как это происходит в структурах DGPI [11,12].

На рис. 6 представлены температурные зависимости напряжения U_P^s , пропорционального поляризации насыщения P_s (*a*), и напряжения U_P^r , пропорционального остаточной поляризации P^r (*b*), в структурах № 1 и 2, полученные из петель диэлектрического гистерезиса. Поляризация насыщения в обеих структурах характеризуется быстрым ростом в районе T_c и выходит на насыщение при T < 200 К. Остаточная поляризация в пленке № 2 принимает отличные от нуля значения при T < 180 К, в то время как в структуре № 1 она появляется при T < 240 К.

4. Обсуждение результатов

Результаты измерений слабосигнального диэлектрического отклика в пленках DBPI с крупноблочной (\mathbb{N} 2) и мелкоблочной (\mathbb{N} 1) структурой, представленные на рис. 1–4, показывают, что температурные и частотные зависимости емкости *C* и tg δ в этих структурах аналогичны. Различия абсолютных величин *C* и tg δ

связаны с разной толщиной пленок и ориентацией осей в блоках. Таким образом, слабосигнальный диэлектрический отклик слабо зависит от характерных размеров блочной структуры пленок DBPI. Эти размеры в основном определяют границы, в рамках которых может происходить движение доменных стенок. Кроме того, на границах блоков присутствует большое количество дефектов, на которых могут закрепляться доменные стенки. Как видно из вставок на рис. 1, а, b, движение доменных стенок вносит вклад в величину емкости С при T < T_c, но в случае слабых полей и, следовательно, небольших по сравнению с размерами блоков сдвигов доменных стенок присутствие границ блоков не может существенным образом повлиять на характер движения доменных стенок и их вклады в емкость и диэлектрические потери. Это относится как к области температур непосредственно вблизи фазового перехода, так и к области 120 < T < 200 К, в которой наблюдается стеклоподобное поведение.

Известно, что стеклоподобное состояние реализуется в смешанных соединениях ВР-ВРІ и DBP-DBРІ (ВР бетаинфосфат, DBP — дейтерированный бетаинфосфат) за счет присутствия в системе конкурирующих взаи-



Рис. 3. Температурные зависимости tg δ в структуре № 1 при нагревании и охлаждении для f = 10 kHz при $U_{\text{bias}} = 0$ (*a*) и f = 100 kHz в отсутствие и при приложении смещающего поля $U_{\text{bias}} = 40 \text{ V}$ (*b*).

модействий, приводящих к антисегнетоэлектрическому (как в BP, DBP) и сегнетоэлектрическому (как в BPI, DBPI) упорядочению [15-18]. Напомним, что сегнетоэлектрический фазовый переход в BPI(DBPI) при $T = T_c$ связан с упорядочением протонов (дейтронов) в водородных связях между кислородными тетраэдрами в зигзагообразных цепочках, ориентированных вдоль оси b, и имеет черты перехода типа порядок-беспорядок. В сегнетоэлектрической фазе поляризация Р ориентируется вдоль цепочек кислородных тетраэдров (вдоль оси b), причем поляризации различных цепочек параллельны друг другу в отличие от ВР, где они антипараллельны. Подмешивание ВР к ВРІ приводит к подавлению поляризации и быстрому понижению температуры сегнетоэлектрического перехода Тс. В смешанных кристаллах $BP_x BPI_{1-x}$ и $DBP_x DBPI_{1-x}$ промежуточного состава при $x \ge 0.15$ спонтанная поляризация отсутствует, но реализуется состояние типа дипольного (протонного) стекла [15-18].

В кристаллах DBPI, содержащих порядка 1–5% DBP, сегнетоэлектрический переход реализуется, но в определенном температурном диапазоне ниже T_c наблюдается сосуществование сегнетоэлектрического упорядочения и дипольного стекла [19–22]. В этом случае в кристалле должны присутствовать области с поляризацией **P**, обладающей дальним порядком, ответственной за диэлектрическую аномалию при фазовом переходе и петли гистерезиса при $T < T_c$, и области, в которых локальные дипольные моменты ориентируются случайным образом и "замерзают" при низкой температуре. Предполагается,



Рис. 4. Зависимость tg $\delta(T)$ в структуре № 1 при немонотонном изменении температуры (*a*), временные зависимости tg δ и скорости изменения температуры dT/dt в структуре № 1 (*b*) и 2 (*c*).



-0.04 200-300 -200 -100 0 100 200 300 U_E , V Рис. 5. Петли диэлектрического гистерезиса в структуре

 $U_{P}-\alpha U_{E}, V$

Рис. 5. Петли диэлектрического гистерезиса в структуре $\mathbb{N}_{\mathbb{Q}}$ 1 при различных температурах на частоте f = 60 Hz. Величина α определяется из наклона линейной зависимости $U_P(U_E)$ в области насыщения.



Рис. 6. Температурные зависимости напряжения U_P^s , пропорционального поляризации насыщения P_s (*a*), и напряжения U_P^r , пропорционального остаточной поляризации P_r (*b*), в структурах № 1 и 2, полученные из петель диэлектрического гистерезиса на частоте f = 60 Hz.

величину $E_a \sim 4000$ K, что значительно превосходит

энергию активации $E_a \sim 500$ К в дипольных стеклах ВР-ВРІ при промежуточных концентрациях ВР ($x \ge 0.015$), которая связывается с процессом движения протонов в двухъямном потенциале.

индуцировать такие взаимодействия, либо специфиче-

ским образом влиять на движение доменных границ.

В последнем случае медленная релаксация диэлектрических свойств при изменении поля или температуры

может быть связана с подстройкой дефектов к домен-

ной структуре аналогично тому, как это происходит

в кристаллах с несоразмерной фазой [24]. Косвенным

подтверждением такого механизма, по-видимому, может служить отсутствие дисперсии диэлектрической проницаемости в области 120-200 К, наблюдающееся в

кристалле ВРІ [25], в котором при $T < T_c$ выполняется закон Кюри–Вейсса. Это свидетельствует о слабом вкладе движения доменных стенок в диэлектрическую

проницаемость. Температура перехода в указанном кристалле очень низкая ($T_c \sim 196 \,\mathrm{K}$), что свидетельствует о большом количестве дефектов, на которых могут пиннинговаться доменные стенки. Кроме того, прибли-

зительная оценка энергии активации Еа для термоакти-

вационного механизма релаксации в области 120–200 К, полученная из анализа частотно-зависимого максимума произведения $C \operatorname{tg} \delta \propto \varepsilon''$ в пленках DBPI (рис. 2, 3), дает

В отличие от слабосигнального сильносигнальный диэлектрический отклик (петли диэлектрического гистерезиса) в структурах № 1 и 2 различен. Практически нулевые величины U_P^r и U_c в структуре № 2 в диапазоне температур 180 < T < T_c = 226.7 К обусловлены тем, что движение доменных стенок вплоть до $T = 180 \, {\rm K}$ успевают отслеживать изменения поля. Время релаксации т доменных границ до этой температуры существенно меньше, чем период приложенного переменного напряжения UE ($f = 60 \,\text{Hz}, 1/f \approx 17 \,\text{ms}$). Раскрытие петель при T < 180 K свидетельствует о существенном увеличении времени релаксации τ при понижении температуры. В отличие от этого в структуре № 1 значения U_P^r и U_c на низкой частоте наблюдаются во всем температурном диапазоне $T < T_c$. При повышении частоты f петли не уширяются, а немного сужаются, что сопровождается уменьшением U_P^r и U_c , т.е. обнаруживают поведение, аналогичное наблюдаемому ранее в структурах GPI. Поскольку основным различием между структурами № 1 и 2 является их блочная структура, можно заключить, что уменьшение размеров блочной структуры до размеров, сравнимых с расстоянием между электродами ВШП, приводит к существенному изменению частотного поведения петель диэлектрического гистерезиса. Это соответствует модели, предложенной для описания переключения в структурах с ВШС.

5. Заключение

Таким образом, уменьшение размеров блоков в пленках DBPI до величины, сравнимой с периодом ВШС электродов, не приводит к существенному изменению слабосигнального отклика как в области сегнетоэлектрического фазового перехода, так и в области сосуществования сегнетоэлектрического и стеклоподобного состояний. Проявление стеклоподобного поведения в структурах № 1 и 2, а также в пленках DBPI, выращенных на подложках других типов, свидетельствует о том, что оно определяется в первую очередь свойствами самого материала пленки, слабо зависит от типа подложки и вносимых ею дефектов кристаллической структуры, а также от характерных размеров блочной структуры. Уменьшение размеров блоков приводит к изменению частотного поведения петель диэлектрического гистерезиса. Ограничение областей, в которых может происходить движение доменных стенок до размеров порядка расстояния между электродами ВШП приводит к тому, что структура представляет собой систему параллельно соединенных конденсаторов, причем переключение поляризации в отдельном конденсаторе происходит, как и в случае структур DGPI, путем зарождения доменов, движения доменных стенок, т.е. характеризуется открытыми петлями на низких частотах.

Список литературы

- [1] S. Horiuchi, Y. Tokura. Nature Mater. 7, 357 (2008).
- [2] S. Horiuchi, Y. Tokunaga, G. Giovanetti, S. Pikkozi, H. Itoh, R. Shimone, R. Kumai, Y. Tokura Nature 463, 789 (2010).
- [3] J. Albers, Ferroelectrics **78**, 3 (1988).
- [4] G. Schaack, Ferroelctrics, 104, 147 (1990).
- [5] E.V. Balashova, B.B. Krichevtsov, V.V. Lemanov. J. Appl. Phys. 104, 126 104 (2008).
- [6] E.V. Balashova, B.B. Krichevtsov, V.V. Lemanov. Integrated Ferroelectrics 106, 29 (2009).
- [7] Е.В. Балашова, Б.Б. Кричевцов, В.В. Леманов. ФТТ 51, 3, 525 (2009).
- [8] Е.В. Балашова, Б.Б. Кричевцов, Н.В. Зайцева, Г.А. Панкова, И.Д. Фредерикс, В.В. Леманов. Кристаллография 56, 98 (2011).
- [9] Е.В. Балашова, Б.Б. Кричевцов, В.В. Леманов. ФТТ 53, 6, 1150 (2011).
- [10] E.V. Balashova, B.B. Krichevtsov. Ferroelectrics Lett. 39, 88 (2012).
- [11] E.V. Balashova, B.B. Krichevtsov, G.A. Pankova, V.V. Lemanov, Ferroelectrics 433, 138 (2012).

- [12] Е.В. Балашова, Б.Б. Кричевцов, В.В. Леманов. ФТТ 55, 5, 916 (2013).
- [13] A.K. Tagantsev, L.E. Cross, J. Fousek. Domains in ferroic crystals and thin films. N.Y. (2010). 821 p.
- [14] P. Nordblad, P. Svedlindh, J. Ferre, M. Ayadi. J. Magn. Magn. Mater. 54–57, 185 (1986).
- [15] S.L. Hytten, I. Fehst, R. Böhmer, A. Loidl. Ferroelectrics 127, 279 (1992).
- [16] J. Banys, C. Klimm, G. Völkel, H. Bauch, A. Klöpperpieper. Phys. Rev. B 50, 22, 16751 (1994).
- [17] J. Banys, C. Klimm, G. Völkel, A. Kajokas, A. Klöpperpieper. J. Phys.: Cond. Matter 9, L7 (1997).
- [18] H. Bauch, G. Völkel, R. Böttcher, A. Pöppl, H. Schäfer, J. Banys, A. Klöpperpieper. Phys. Rev. B 54, 13, 9162 (1996).
- [19] J. Banys, A. Kajokas, C. Klimm, G. Völkel, A. Klöpperpieper. J. Phys.: Cond. Matter 10, 8389 (1998).
- [20] J. Banys, A. Kajokas, A. Brilingas, G. Grigas, G. Völkel, C. Klimm. Ferroelectrics 258, 113 (2001).
- [21] J. Banys, J. Macutkevich, C. Klimm, G. Völkel, A. Kajokas, A. Brillingas, J. Grigas. Phys. Status Solidi A 201, 3, 602 (2004).
- [22] H. Ebert, S. Lanceros-Mendez, G. Schaack, A. Klöpperpieper. J. Phys.: Cond. Matter 7, 48, 9305 (1995).
- [23] H. Bauch, J. Banys, R. Böttcher, C. Klimm, A. Klöpperpieper, G. Völkel. Phys. Status Solidi A 74, 553 (1995).
- [24] В.В. Гладкий, В.А. Кириков, Ф. Смутный. ФТТ 29, 2534 (1987).
- [25] I. Fehst, M. Paasch, S.L. Houtton, M. Braune, R. Böhmer, A. Loidl, M. Dörffel, Th. Narz, S. Haussühl, G.J. McIntyre. Ferroelectrics 138, 1 (1993).