

06

Электронно-лучевая запись микродоменов на неполярной поверхности кристаллов LiNbO_3 при различных ускоряющих напряжениях РЭМ

© Л.С. Коханчик¹, Р.В. Гайнутдинов², Т.Р. Волк²

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

²Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия

E-mail: volk-1234@yandex.ru

(Поступила в Редакцию 17 ноября 2014 г.)

Исследовано влияние ускоряющего напряжения U электронного луча РЭМ на характеристики микродоменов, записанных электронно-лучевым методом на неполярной Y -поверхности кристаллов LiNbO_3 . Толщина T_d доменов вдоль направления Y определяется глубиной пробега R_e первичных электронов, зависящей от U . Благодаря этому величина T_d может быть задана в интервале $\sim 0.2\text{--}4\ \mu\text{m}$ при $U = 5\text{--}25\ \text{kV}$ соответственно. Выполнены оценки коэффициента эмиссии электронов σ для различных U , превышающих значение второй равновесной точки U_2 ($\sigma = 1$) на диаграмме $\sigma(U)$. По этим данным построена зависимость $\sigma(U)$ для LiNbO_3 . На основании экспозиционных характеристик длины L_d доменов, растущих вдоль полярной оси Z , установлена зависимость поля пространственного заряда, определяющего планарный рост доменов вдоль Z , от поверхностной эмиссии электронов σ .

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (проекты № 13-02-12440-офи_м, 12-02-00596-а) и Программы фундаментальных исследований ОФН РАН „Физика новых материалов и структур“ с использованием оборудования ЦКП ИК РАН при поддержке Минобрнауки (проект RFMEFI62114X0005).

1. Введение

Создание регулярных доменных структур (РДС) с заданной конфигурацией в сегнетоэлектрических кристаллах, волноводных структурах и пленках относится к числу практически важных задач физики сегнетоэлектричества. Основной целью доменной инженерии является создание 1D и 2D РДС для нелинейного преобразования частоты лазерного излучения в режиме фазового квазисинхронизма (QPM), основанном на зависимости нелинейной квадратичной восприимчивости $\chi^{(2)}$ от направления спонтанной поляризации P_s [1]. Наиболее активно исследуемым материалом, в частности, для интегральной оптики является ниобат лития [2], обладающий такими необходимыми качествами, как высокая $\chi^{(2)}$ и устойчивость РДС, созданных различными методами. Наиболее очевидным и уже нашедшим коммерческое применение является метод создания РДС путем приложения внешнего поля к структурированным электродам, нанесенным на поверхность кристалла. Для преобразования излучения области ближнего ИК ($\lambda = 800\text{--}900\ \text{nm}$) во вторую гармонику в LiNbO_3 требуются периоды РДС $\Lambda \approx 3\text{--}4\ \mu\text{m}$; для реализации режима QPM на отражение необходимы периоды вплоть до субмикронного масштаба. Получение мелкомасштабных РДС с $\Lambda < 4\ \mu\text{m}$ полевым методом затруднено, главным образом, из-за краевых эффектов на границах электродов, приводящих к размытию доменных границ и их перекрытию по мере уменьшения периода. Таким образом,

необходим поиск альтернативных методов создания РДС микронного и субмикронного масштаба. Одним из них является метод записи электронным лучом в растровом электронном микроскопе (РЭМ).

В литературе имеется ряд публикаций по записи доменов и РДС электронно-лучевым методом на полярных Z -поверхностях кристаллов LiNbO_3 и LiTaO_3 (подробная библиография в [3]). С применением электронно-лучевого метода решается наиболее актуальная проблема — создание двумерных (2D) РДС („нелинейных фотонных кристаллов“ [4]), обещающих ряд новых практических возможностей. 2D РДС микронного и субмикронного масштаба были получены в LiNbO_3 электронно-лучевым методом в работах [5–9].

Дальнейшее развитие создания РДС электронно-лучевым методом требует подробного исследования закономерностей формирования доменов при различных условиях облучения. В ряде работ [5,7,9–12] выполнялись довольно разрозненные исследования влияния ускоряющего напряжения U и тока I электронного луча на характеристики записанных доменов, но однозначные результаты не получены. Механизм сегнетоэлектрического переключения под действием электронного луча до настоящего времени практически не изучен.

В работах [13–16] была выполнена электронно-лучевая запись микродоменов и микродоменных решеток на неполярных X - и Y -поверхностях кристаллов LiTaO_3 и LiNbO_3 и в Ti -имплантированных планарных волноводах на Y -срезах LiNbO_3 [14]. При локальном

облучении неполярной поверхности кристалла домены, зародившиеся в области облучения, фронтально прорастают вдоль полярной оси Z в приповерхностном слое толщиной порядка нескольких микрон. „Движущей силой“ планарного фронтального роста доменов является тангенциальная составляющая электрического поля, возникающего в облученной области при электронной накачке. В этом состоит принципиальное отличие этих работ от цитированных выше исследований, в которых облучалась полярная Z -поверхность и домены прорастали вдоль полярной оси вглубь кристалла под действием аксиального поля. Запись планарных РДС на неполярных поверхностях представляет интерес для некоторых интегральных оптических схем, использующих волноводы на неполярной поверхности LiNbO_3 (библиография в [17]). Помимо определенных практических целей, создание доменов на неполярных поверхностях кристаллов оказалось информативным для анализа механизма формирования доменов в нетривиальных условиях электронного облучения.

Настоящая работа является продолжением этих исследований. Основной целью является изучение зависимости характеристик доменов и РДС от ускоряющего напряжения U , определяющего, в частности, процессы электронной эмиссии. До последнего времени почти во всех работах электронно-лучевая запись доменов производилась при $U = 25 \text{ kV}$, причем иногда утверждалось, что эта величина U является пороговой. Лишь в недавних работах [8,9,18] была выполнена запись РДС при более низком $U = 15 \text{ kV}$.

2. Методика эксперимента

Образцы представляли собой оптически полированные пластины Y -среза толщиной $D = 2 \text{ mm}$, изготовленные из номинально чистого кристалла LiNbO_3 конгруэнтного состава. Облучение проводилось в растровом электронном микроскопе JSM-840A с дополнительно встроенной программой NanoMaker, позволяющей управлять перемещением электронного луча по поверхности кристалла и контролировать дозы облучения. Направление электронного луча нормально плоскости XZ . Запись доменов проводилось путем локального (условно „точечного“) облучения положительной $+Y$ - или отрицательной $-Y$ -поверхности кристалла. Домены записывались путем пошагового перемещения электронного луча вдоль оси X с заданным временем облучения $t_{\text{ит}}$ каждой точки. Схематично этот процесс иллюстрирован рис. 1, *a*. В данном случае расстояние между точками облучения вдоль X составляло $\Lambda = 30 \mu\text{m}$. Согласно данным работы [15] при $\Lambda \geq 30 \mu\text{m}$ не наблюдается эффект аддитивности точечных зарядов, индуцированных электронным лучом в близкорасположенных точках облучения, т.е. растекающиеся заряды соседних областей не перекрываются. Этот вывод подтверждается потенциальными изображениями областей со сформиро-

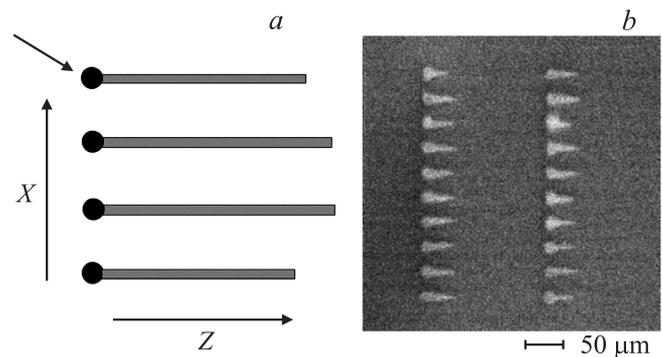


Рис. 1. Схема облучений Y -поверхности (*a*) и потенциальное РЭМ-изображение (в режиме вторичных электронов) „точечных“ участков облучения и сформировавшихся доменов ($U = 15 \text{ kV}$) (*b*).

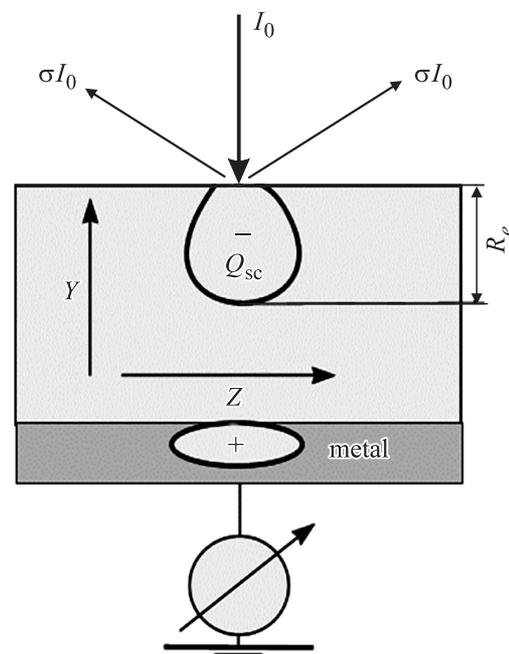


Рис. 2. Схема внедрения электронного заряда и измерения тока с подложки облучаемого образца: I_0 — ток первичных электронов; σI_0 — ток поверхностной эмиссии; Q_{sc} — область пространственного заряда; R_e — глубина проникновения первичных электронов.

ванными доменами (рис. 1, *b*), полученными в режиме вторичных электронов с использованием низковольтных режимов РЭМ.

Нами исследовались зависимости толщины T_d (вдоль Y), длины L_d (вдоль полярного направления Z) и ширины W_d (вдоль X) изолированных доменов от условий облучения — ускоряющего напряжения U и времени „точечного“ облучения $t_{\text{ит}}$ при постоянном токе электронного луча $I_0 = 0.1 \text{ nA}$. Во всех случаях площадь локального облучения составляла $S_{\text{ит}} = 0.5 \mu\text{m}^2$.

Ток облучения устанавливался и контролировался с помощью цилиндра Фарадея, размещенного рядом с

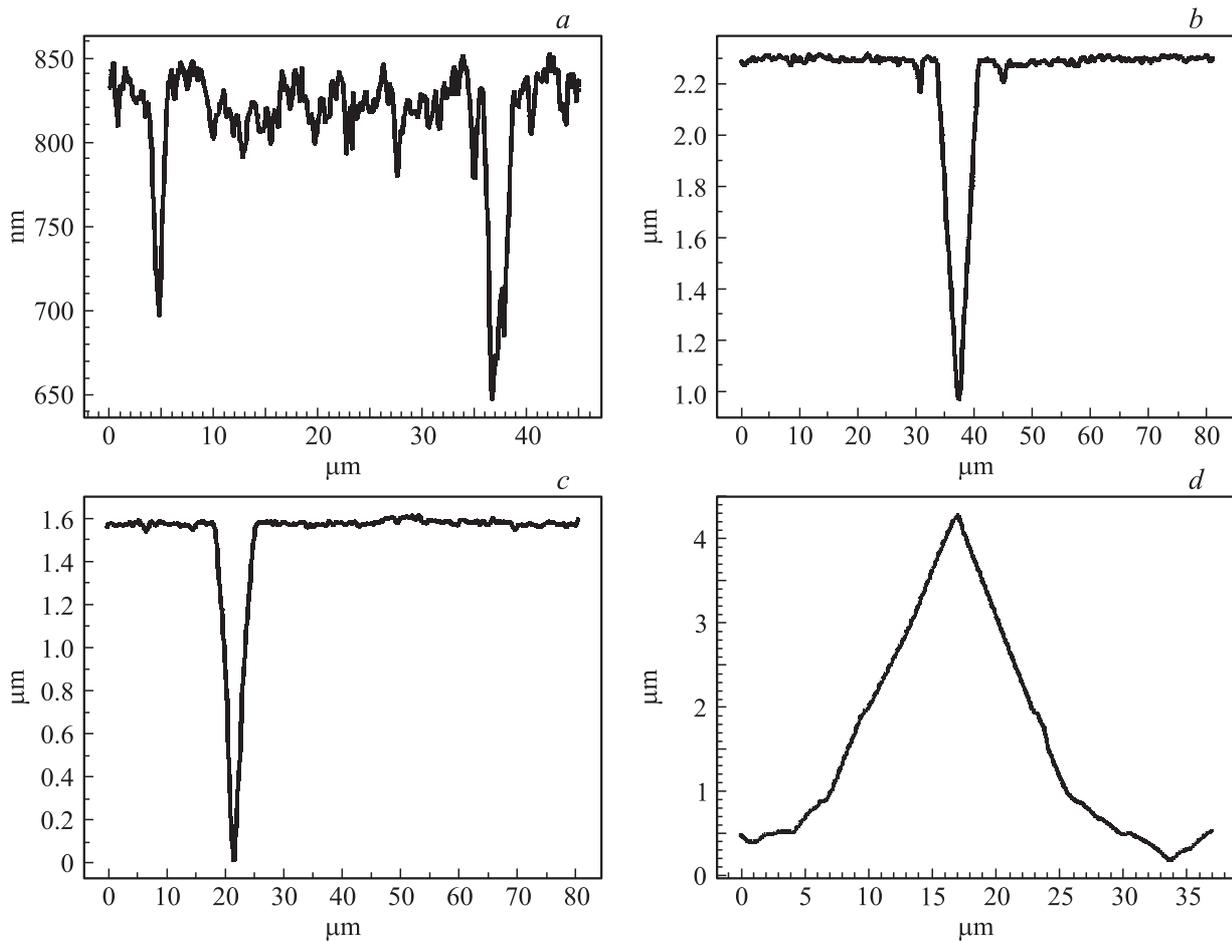


Рис. 3. АСМ-профили травления доменов, сформированных на $+Y$ -поверхности при $U = 5 \text{ kV}$ (a), 10 kV (b), 15 kV (c); АСМ-профиль травления домена, сформированного на $-Y$ -поверхности при $U = 25 \text{ kV}$ (d).

образцом. В процессе записи доменов измерялся ток, стекающий с покрытой алюминием и заземленной подложки образца. Условная схема формирования локальной области электронного заряда и измерения тока, инициированного зарядами изображения в подложке, показана на рис. 2. Измерения токов производились электрометром TR 8401. Стартовая энергия облучающих электронов варьировалась путем изменения ускоряющего напряжения РЭМ $U = 5, 10$ и 15 kV . Программой NanoMaker задавалась величина дозы $D = (It)/S_{\text{итр}}$, из которой определялся внедряемый „точечный“ заряд $q = It_{\text{итр}}$. Время облучения каждого локального участка для всех серий облучения изменялось в интервале от 50 до 500 ms . При $U = 15 \text{ kV}$ было зафиксировано появление доменов после облучения $t_{\text{итр}} = 50 \text{ ms}$; при меньших U домены обнаруживались после облучения $t_{\text{итр}} \geq 100 \text{ ms}$.

Измерения зависимости толщины доменов T_d от условий облучения были выполнены с помощью комбинации методов химического травления и зондовой микроскопии. Облученный при различных U образец пошагово травился в кипящем растворе $\text{HF} + 2\text{HNO}_3$. Посколь-

ку скорость травления поверхности $-Y$ существенно превышает скорость травления поверхности $+Y$ [19], домены, записанные на $+Y$ и $-Y$ -поверхностях выявляются, соответственно, в виде длинных узких канавок и длинных треугольных холмиков. Их глубина/высота измерялась в контактном режиме АСМ. В качестве толщины домена T_d для данных условий облучения принималась максимальная глубина канавки (максимальная высота холмика).

Длина L_d и ширина W_d доменов определялась из измерений методом микроскопии пьезоотклика (МПО) (без химического травления). При этом регистрировался сигнал электромеханического отклика

$$H_\omega = \left[\frac{1}{k} \frac{dC}{dz} \left(\frac{V^\uparrow + V^\downarrow}{2} \right) \mp d_{15} \right] U_{ac}, \quad (1)$$

где d_{15} — пьезоэлектрический коэффициент, соответствующий используемому латеральному режиму, k — коэффициент жесткости зонда при условии, что его оба конца жестко закреплены (один в держателе, а другой контактирует с поверхностью образца); C — емкость зонд-образец; $(V^\uparrow + V^\downarrow)/2$ — среднее значение

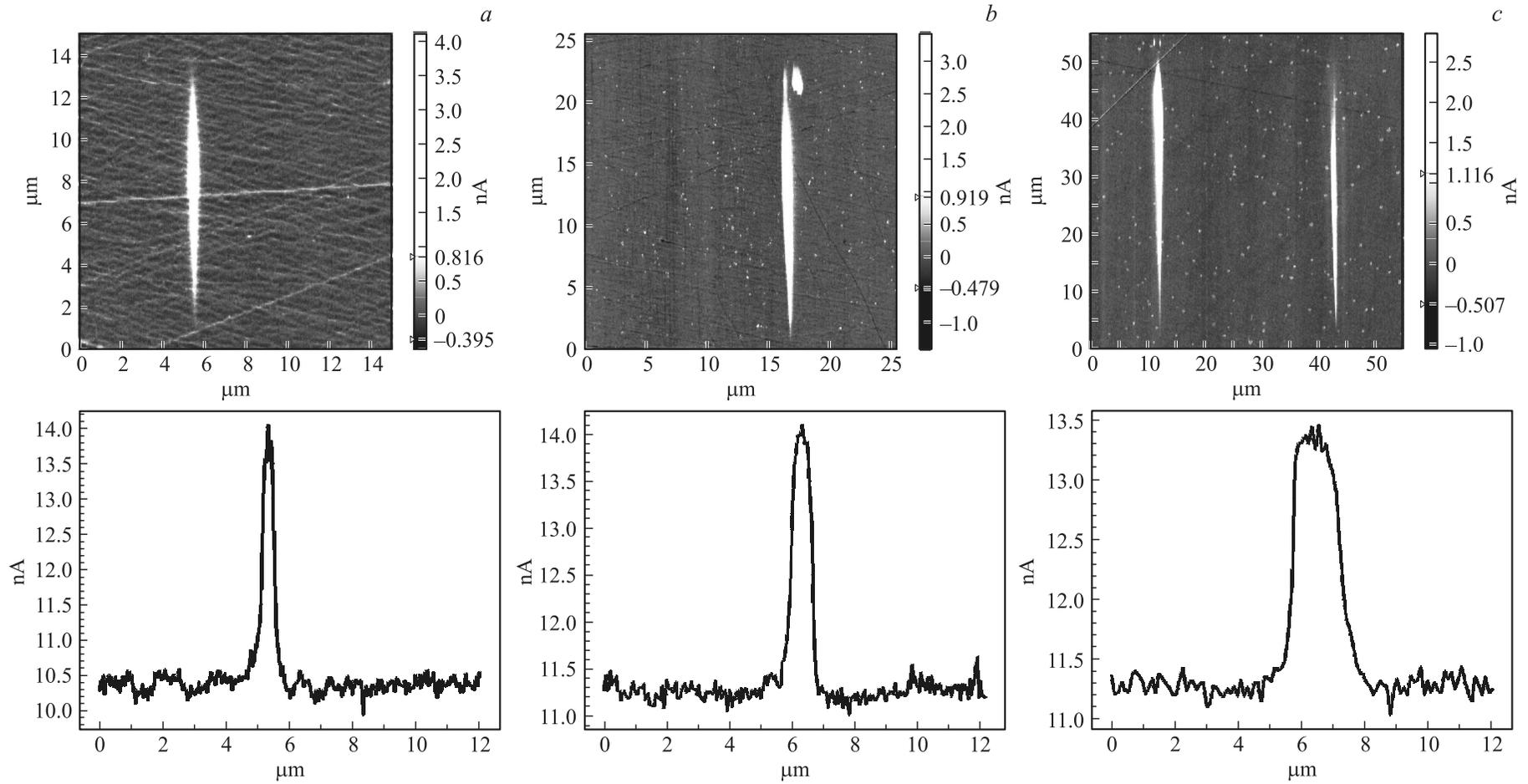


Рис. 4. МПО-изображения доменов и соответствующие профили сечения при разных U и временах стояния луча в точке облучения: 5 kV, 100 ms (a); 5 kV, 400 ms (b); 10 kV, 400 ms (c).

контактной разности потенциалов между зондом и поверхностью образца; U_{ac} — переменное напряжение, прикладываемое между зондом и электродом нижней поверхности. Все измерения методом зондовой микроскопии проводились на атомно-силовом микроскопе (АСМ) NTEGRA PRIMA AFM (NT-MDT, Москва). Использовались Si-зонды с проводящим покрытием Ti/Pt (C21, Mikrosience, Chech. Republ.) с радиусом закругления острия $R \leq 40$ nm, жесткостью балки $k \sim 0.12$ N/m (А-зонд) и $k \sim 2.0$ N/m (В-зонд) и резонансными частотами $f \sim 12$ kHz (А-зонд) и $f \sim 105$ kHz (В-зонд).

3. Экспериментальные результаты

На рис. 3, *a, b, c, d* представлены, соответственно, примеры профилей травления доменов, записанных на $+Y$ - и $-Y$ -поверхностях, полученные в контактном режиме АСМ. Профиль травления на $+Y$ -поверхности имеет вид узкой веретенообразной канавки, глубина и ширина которой уменьшаются по мере удаления от начальной (точка облучения) и центральной части домена. Эта форма согласуется с оптическими измерениями канавок травления, выполненных ранее в [14,15]. На основании профилей травления определялась величина толщины доменов T_d , которая определялась максимальной глубиной канавок травления на $+Y$ -поверхности и максимальной высотой холмиков травления $-Y$ -поверхности.

Величины T_d для ускоряющих напряжений $U = 5, 10, 15$ и 25 kV приведены в таблице. Они слабо зависят от времени облучения, т.е. от внедряемого заряда $Q = It_{irr}$. Величина T_d для $U = 25$ kV, полученная в настоящей работе прецизионным методом АСМ, находится в хорошем согласии с оценками, выполненными ранее оптическим методом [14,15].

На рис. 4, *a, b, c* представлены типичные МПО-изображения доменов (без травления) и соответствующие сканы вдоль оси X . На основании этих изображений определялись величины длины и ширины доменов. Отметим, что потенциальное изображение областей формирования доменов (рис. 1, *b*) существенно отличается по виду от формы доменов, регистрируемой МПО (рис. 4). Очевидно, это связано с растеканием электронного заряда в зонах облучения и формирующимся шлейфом зарядов вдоль растущих доменов.

На рис. 5, *a* показаны зависимости длины доменов L_d вдоль оси Z от времени облучения t_{irr} для $U = 5, 10$ и 15 kV. Зависимости $L_d(t_{irr})$ с хорошим приближением аппроксимируются линейной функцией (сплошная линия). На рис. 5, *b* представлены экспозиционные зависимости ширины доменов W_d вдоль оси X , измеренные методом МПО. За W_d принималась максимальная ширина соответствующего профиля сечения (рис. 4). Сопоставление зависимостей $L_d(t_{irr})$ и $W_d(t_{irr})$ указывает на преимущественно фронтальный рост доменов, поскольку соотношение $L_d/W_d \geq 20$ при всех условиях облучения.

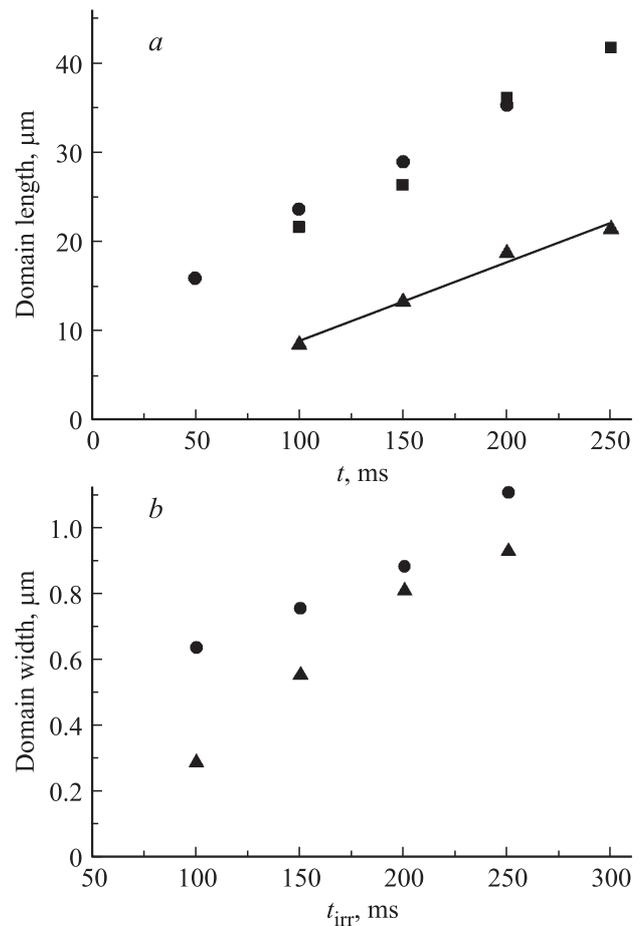


Рис. 5. Зависимость длины (*a*) и ширины (*b*) доменов от времени облучения для разных ускоряющих напряжений (треугольники, квадраты и кружки соответствуют 5, 10 и 15 kV; сплошная линия — линейная аппроксимация).

Процессы переключения определяются полем пространственного заряда Q_{sc} . Для анализа зависимостей формирования доменов от ускоряющего напряжения необходим учет вклада электронной эмиссии в Q_{sc} . Согласно общей модели электронно-лучевой зарядки диэлектриков, представленной во многих монографиях, обзорах и оригинальных работах (например, [20–24]), суммарный коэффициент эмиссии $\sigma = \delta + \eta$, где δ и η — коэффициенты эмиссии вторичных и отраженных электронов соответственно. Величина σ определяется энергией облучающих электронов $E = eU$. Нами была сделана оценка σ для тех значений ускоряющего напряжения U , при которых проводилась запись доменов ($U = 5, 10$ и 15 kV). Схема, объясняющая измерения σ , представлена на рис. 2. Общий баланс зарядов при облучении можно представить как $I_0 = \sigma I_0 + I_Q + I_L$, где I_0 — первичный ток электронного луча, σI_0 — ток суммарной электронной эмиссии из образца, I_Q — ток, связанный с процессами захвата электронов на ловушки и формированием пространственного заряда Q_{sc} , I_L — ток утечки через образец. Соответственно суммарный коэффициент электронной эмиссии $\sigma = I_\sigma/I_0$ можно

Толщина доменов T_d вдоль оси Y при различных U (R_e — глубина пробега первичных электронов в LiNbO_3 , взятая из литературы; σ — коэффициент общей эмиссии, измеренный в данной работе)

U, kV	$T_d, \mu\text{m}$	$R_e, \mu\text{m}$	σ
5	0.2–0.25	~ 0.3 [11]	0.8–0.85
10	1.3	~ 0.9 [11]	0.5–0.55
15	1.6		0.5–0.55
25	3.8	~ 3 [5,26]	

представить как $\sigma = 1 - (I_Q + I_L)/I_0$ [21]. Путем варьирования параметров микроскопа с использованием цилиндра Фарадея устанавливалось значение $I_0 = 0.1 \text{ nA}$; ток $(I_Q + I_L)$ с подложки образца измерялся электрометром (рис. 2). Учитывая исключительно низкую проводимость LiNbO_3 ($\rho = 10^{14} - 10^{16} \Omega\text{m}$) [3] и характерную для высокоомных диэлектриков высокую концентрацию центров захвата, можно пренебречь величиной I_L и принять $\sigma = 1 - I_Q/I_0$ для оценок коэффициента начальной эмиссии. Из экспериментальных величин I_Q при $I_0 = 0.1 \text{ nA}$ получены оценки коэффициента эмиссии; эти результаты приведены в таблице. Наблюдается значительное увеличение эмиссии электронов при низком ускоряющем напряжении $U = 5 \text{ kV}$.

Влияние ускоряющего напряжения на суммарный коэффициент электронной эмиссии обусловлено, в основном, зависимостью коэффициента вторичной электронной эмиссии от энергии электронов eU [20–22], тогда как коэффициент отраженных электронов η слабо зависит от изменения энергии электронов [20,21]. Как известно, зависимость $\sigma(U)$ в диэлектриках проходит через максимум в области $\sigma > 1$ при низких ускоряющих напряжениях и характеризуется двумя значениями критических (кроссоверных) точек U_1 и $U_2 > U_1$, при которых $\sigma = 1$. В нашем случае мы находимся в области ускоряющих напряжений $U > U_2$. При $U > U_2$ величина $\sigma < 1$, и образец в процессе облучения заряжается отрицательно до тех пор, пока реальное ускоряющее напряжение облучающих электронов не достигнет значения $U = U_2$; $U = U_2$ соответствует установлению равнове-

сного зарядового состояния в процессе облучения [23,24]. На основании приведенных в таблице экспериментальных значений σ построена зависимость $\sigma(U)$ для $U > U_2$ (правая ветвь рис. 6). Здесь приведено также значение $U_2 \approx 2 \text{ kV}$ ($\sigma = 1$), полученное ранее с помощью РЭМ в конгруэнтном LiNbO_3 [25]. (Схематичная левая ветвь кривой на рис. 6 носит иллюстративный характер).

4. Обсуждение результатов

Обсудим результаты измерений толщины T_d доменов, записанных на неполярной поверхности при различных U , представленные в таблице. Для сравнения приведены взятые из литературы величины глубины проникновения R_e первичных электронов в кристалл LiNbO_3 при различных энергиях U первичных электронов. Величины R_e рассчитывались для LiNbO_3 методом Монте–Карло [5,1126]. Значения T_d , определенные с помощью химического травления и метода АСМ, находятся в хорошем согласии с расчетными величинами R_e . Таким образом, в данном случае глубина переключенной области определяется глубиной проникновения первичных электронов, что позволяет задать толщину записываемой структуры путем варьирования ускоряющего напряжения U . Этот результат принципиально отличается от электронно-лучевой записи доменов на полярной поверхности, при которой глубина переключенной области существенно превышает величины R_e , достигая сотен микрон, например [6,7,18]. При этом результаты, имеющиеся в литературе, неоднозначны и параметры, задающие толщину записанных структур, пока не определены.

Линейная зависимость $L_d(t_{\text{irr}})$, впервые установленная нами при $U = 25 \text{ kV}$ [15], подтвердилась в настоящей работе для других значений U (рис. 5, а). Она была интерпретирована [15] как доказательство фронтального роста доменов вдоль Z по закону типа вязкого трения

$$v_f = \mu E, \quad (2)$$

откуда следует

$$L_d = \mu E t_{\text{irr}}, \quad (3)$$

где v_f и μ — скорость фронтального роста и подвижность доменных стенок соответственно; E — поле. В обычных условиях закон (2) привлекается для описания фронтального движения доменов в сильных полях [27] и в нашем случае объясняет линейность $L_d(t_{\text{irr}})$.

Как видно из рис. 5, а, величины L_d для $U = 5 \text{ kV}$ приблизительно в два раза ниже, чем для $U = 10 \text{ kV}$, что согласно (2), (3) свидетельствует о более низком поле, определяющем фронтальный рост домена. В то же время зависимости $L_d(t_{\text{irr}})$ для $U = 10$ и 15 kV практически идентичны. Качественно на более низкую величину поля при $U = 5 \text{ kV}$ указывают зависимости ширины доменов $W_d(t_{\text{irr}})$ (рис. 5, б), хотя механизм бокового движения доменной стенки (расширения доменов) в процессе

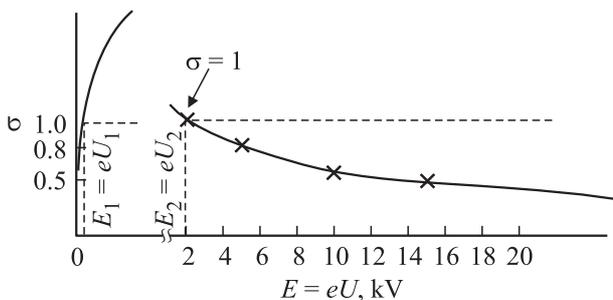


Рис. 6. Зависимость коэффициента электронной эмиссии σ от ускоряющего напряжения U для ниобата лития ($\sigma(U)$ построена по измерениям σ для $U > U_2$; точка $U_2 = 2 \text{ kV}$ для $\sigma = 1$ взята из [25]).

облучения пока неясен. Движущей силой фронтального планарного роста доменов на неполярной поверхности является тангенциальная составляющая поля пространственного заряда Q_{sc} , кинетика формирования которого описывается общим законом [21]

$$Q(t) = Q_{sat}[1 - \exp(-t/\tau_{eff})], \quad (4)$$

где Q_{sat} — внедренный заряд, τ_{eff} — эмпирическая временная константа зарядки. Сложность процессов, определяющих τ_{eff} (неравновесное заполнение и перезарядка уровней, эмиссия электронов, радиационно-индуцированное изменение проводимости) исключают возможность расчета этого параметра; при прочих равных условиях $\tau_{eff} \sim 1/U$. Согласно выражению (4) влияние ускоряющего напряжения U на величину Q_{sc} определяется зависимостями $\sigma(U)$ и/или $\tau_{eff}(U)$.

Внедренный заряд с учетом поверхностной эмиссии приблизительно можно представить как $Q_{sat} = It_{irr}(1 - \sigma)$. Подставляя экспериментальные значения коэффициентов σ (таблица) в это выражение, получаем, например, при $t_{irr} = 100 \text{ ms}$ $Q_{sat} \approx (1.5-2) \text{ pC}$ для $U = 5 \text{ kV}$ и $Q_{sat} \approx (4.5-5) \text{ pC}$ для 10 kV ($I = 0.1 \text{ nA}$). Соотношение $Q_{sat}(10 \text{ kV})/Q_{sat}(5 \text{ kV}) \approx 2.5-3$ для данного t_{irr} находится в хорошем согласии с упомянутым выше различием L_d для этих ускоряющих напряжений (рис. 5, а). В то же время $Q_{sat}(10 \text{ kV}) \approx Q_{sat}(15 \text{ kV})$, что согласуется с наблюдаемой близостью зависимостей $L_d(t_{irr})$ (рис. 5, а). Идентичность этих зависимостей обусловлена равенством σ .

На основании этих простых рассуждений можно прийти к выводу о том, что различие зависимостей $L_d(t_{irr})$ при $U = 5$ и 10 kV определяется главным образом различием коэффициентов эмиссии σ . Возможное влияние зависимости $\tau_{eff}(U)$, определяющей кинетику $Q_{sc}(t)$, не играет роли. Другими словами, можно заключить, что рост доменов происходит в условиях квазиравновесного зарядового состояния $Q_{sc} = \text{const}$ ($\sigma \approx 1$), т.е. $t_{irr} > \tau_{eff}$ во всем используемом интервале времен облучения. Следует отметить, что в ряде экспериментов установлено, что время зарядки диэлектриков имеет две составляющие — „краткосрочную“ (десятки и сотни ms), и долговременную (от единиц до сотен секунд) [28]. Не вдаваясь в детали этого сложного процесса, подчеркнем, что в обсуждаемом случае имеется в виду краткосрочная составляющая τ_{eff} , соответствующая выходу Q_{sc} на насыщение.

Различие величин Q_{sat} является наиболее вероятной причиной различия t_{irr} , соответствующих появлению устойчивых доменов при разных U . Как упоминалось выше, появление доменов при $U = 5$ и 10 kV регистрировалось при $t_{irr} \geq 100 \text{ ms}$ и $t_{irr} \geq 50 \text{ ms}$ соответственно ($I = 0.1 \text{ nA}$). В свете проведенного выше рассуждения эта разница t_{irr} обеспечивает равенство внедренных зарядов $Q = It_{irr}(1 - \sigma)$, необходимых, очевидно, для формирования доменов.

Анализ зависимостей $L_d(t_{irr})$ при разных U приводит к неожиданному выводу. Как следует из рис. 5, а

и проведенного выше рассуждения, поле, наведенное при $U = 5 \text{ kV}$, заметно ниже полей при $U = 10$ и 15 kV . В то же время скорости фронтального роста $v_f = dL_d/dt$ практически одинаковы. Действительно, для $U = 5 \text{ kV}$ $v_f = 0.01 \text{ cm/s}$, а для $U = 10$ и 15 kV $v_f = 0.014-0.015 \text{ cm/s}$. В рамках выражения (2) этот парадокс может быть объяснен лишь более высокой подвижностью μ в поле, создаваемом при облучении электронами с $U = 5 \text{ kV}$. Напомним, что при этой энергии электронного луча процесс фронтального роста происходит в тонком слое $200-250 \text{ nm}$ (таблица). Логично предположить, что повышение μ связано со снижением концентрации дефектов в тонком поверхностном слое. Этот вывод согласуется с имеющимися в литературе указаниями на значительное увеличение поверхностной проводимости LiNbO_3 по сравнению с объемной.

5. Заключение

Основным результатом работы является установление возможности управления характеристиками микродоменов, записанных электронно-лучевым методом на неполярной Y -поверхности LiNbO_3 , путем изменения ускоряющего напряжения U электронного луча.

Установлена связь толщины T_d доменов (вдоль оси Y) с глубиной пробега R_e первичных электронов, в свою очередь зависящей от U . С учетом имеющихся в литературе расчетных зависимостей $R_e(U)$ для LiNbO_3 это обеспечивает возможность контролируемого плавного изменения T_d в интервале $\sim 0.2-4 \mu\text{m}$ при изменении U в интервале $5-25 \text{ kV}$ (для $I = 0.1 \text{ nA}$). Полученный результат представляет интерес для создания РДС электронно-лучевым методом в волноводных структурах на LiNbO_3 для нелинейно-оптического преобразования излучения.

Проведены оценки коэффициента эмиссии электронов σ для различных U . Установлено резкое увеличение σ при $U = 5 \text{ kV}$, тогда как величины σ при $U = 10$ и 15 kV практически идентичны. Этот результат согласуется с общей концепцией электронно-лучевой зарядки диэлектриков. На основании значений σ , определенных в настоящей и нашей предыдущей работах, построена зависимость $\sigma(U)$ для ускоряющих напряжений $U \geq U_2$, использованных при записи доменов.

Получены экспозиционные зависимости $L_d(t_{irr})$ длины доменов вдоль оси Z для различных U . Линейность $L_d(t_{irr})$ при данных U, I позволяет управлять длиной доменов путем изменения t_{irr} . Показано, что значительное снижение L_d при $U = 5 \text{ kV}$ связано с уменьшением поля пространственного заряда, формирующегося в облученной области, из-за возрастания эмиссии электронов при этом ускоряющем напряжении.

На основании измерений $L_d(t_{irr})$ и $\sigma(U)$ сделан вывод о том, что в используемом интервале времен экспозиции $t_{irr} \geq 50 \text{ ms}$ домены растут в условиях квазистационарного зарядового состояния.

Впервые наблюдалось формирование доменов в LiNbO_3 при сравнительно низких $U = 5$ и 10 kV .

Список литературы

- [1] J. Armstrong, N. Bloembergen, J. Ducuing, P.S. Pershan. *Phys. Rev.* **127**, 1918 (1962).
- [2] W. Sohler, H. Hu, R. Ricken, V. Quiring, Ch. Vannahme, H. Herrmann, D. Buechter. *Opt. Phot. News*, **24**, (2008).
- [3] T. Volk, M. Wöhlecke. *Lithium Niobate: Defects, Photo-refraction and Ferroelectric Switching*. Springer-Verlag, Berlin–Heidelberg (2008). 247 p.
- [4] V. Berger. *Phys. Rev. B* **81**, 4136 (1998).
- [5] C. Restoin, S. Massy, C. Darraud-Taupiac, A. Barthelemy. *Opt. Mater.* **22**, 193 (2003).
- [6] Y. Glickman, E. Winebrand, A. Aric, G. Rosenman. *Appl. Phys. Lett.* **88**, 011 103 (2006).
- [7] 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).
- [8] L. Mateos, L.E. Bausa, M.O. Ramirez. *Appl. Phys. Lett.* **102**, 042 910 (2013).
- [9] L. Mateos, L.E. Bausa, M.O. Ramirez. *Opt. Mater. Express*, **4**, 1077 (2014).
- [10] A.C.G. Nutt, V. Gopalan, M.C. Gupta. *Appl. Phys. Lett.* **60**, 2828 (1992).
- [11] R.W. Keys, A. Loni, R.M. De La Rue, C.N. Ironside, J.N. Marsh, B.J. Luff, P.D. Townsend. *Electron. Lett.* **26**, 188 (1990).
- [12] P. Molina, M.O. Ramirez, J. Garcia-Sole, L.E. Bausa. *Opt. Mater.* **31**, 1777 (2009).
- [13] L.S. Kokhanchik, D.V. Punegov. *Ferroelectrics*, **373**, 69 (2008).
- [14] Л.С. Коханчик, М.В. Бородин, С.М. Шандаров, Н.И. Бури-мов, В.В. Щербина, Т.Р. Волк. *ФТТ* **52**, 1602 (2010).
- [15] L.S. Kokhanchik, T.R. Volk. *Appl. Phys. B* **110**, 367 (2013).
- [16] L.S. Kokhanchik, R.V. Gainutdinov, E.D. Mishina, S.D. Lavrov, T.R. Volk. *Appl. Phys. Lett.* **105**, 142 901 (2014).
- [17] F. Génèreux, G. Baldenberger, B. Bourliaguet, R. Vallée. *Appl. Phys. Lett.* **91**, 231 112 (2007).
- [18] E.V. Emelin, L.S. Kokhanchik, M.N. Palatnikov. *J. Surf. Invest. X-ray, Synchrotron Neutron Techn.* **7**, 825, (2013).
- [19] K. Nassau, H.J. Levinstein, G.M. Loiacono. *Appl. Phys. Lett.* **6**, 228 (1965).
- [20] И.М. Бронштейн, Б.С. Фрайман. *Вторичная электронная эмиссия*. Наука, М. (1969). 406 с.
- [21] S. Fakhfakh, O. Jbara, S. Rondot, A. Hadjadj, J.M. Patat, Z. Fakhfakh. *J. Appl. Phys.* **108**, 093 705, (2010).
- [22] H. Seiler. *J. Appl. Phys.* **54**, R1 (1983).
- [23] J. Cazaux. *J. Appl. Phys.* **85**, 1137 (1999).
- [24] Э.И. Рау, Е.Н. Евстафьева, М.В. Андрианов. *ФТТ* **50**, 599 (2007).
- [25] V.V. Aristov, L.S. Kokhanchik, Yu.I. Voronovskii. *Phys. Status. Solidi* **86**, 133 (1984).
- [26] A.F. Bielajev, D.W.O. Rodgers. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B* **18**, 165, (1987).
- [27] A.K. Tagantzev, L.E. Cross, J. Fousek. *Domains in Ferroic Crystals and Thin Films*. Springer Science (2010). 880 с.
- [28] Е.Н. Евстафьева, Э. Плиес, Э.И. Рау, Р.А. Сеннов, А.А. Татаринцев, Б.Г. Фрейнман. *Изв. РАН. Сер. физ.* **74**, 1023 (2010).