

06,08

Исследование микродоменных структур в тонких пленках LNOI разной толщины с помощью зонда АСМ

© Я.В. Боднарчук, Р.В. Гайнутдинов

НИЦ „Курчатовский институт“,
Москва, Россия

E-mail: deuten@mail.ru

Поступила в Редакцию 26 ноября 2025 г.

В окончательной редакции 17 февраля 2026 г.

Принята к публикации 17 февраля 2026 г.

Представлены результаты по записи доменов и их оценке с помощью зонда атомно-силового микроскопа для трех толщин пленок 300, 500 и 700 nm. Показано, что на рост и формирование доменов существенно влияет толщина волноводного слоя тонкой пленки. При минимальных напряжениях записи устойчивые и регулярные домены записаны в волноводах толщиной 300 и 500 nm, тогда как при таких же параметрах записи в тонкой пленке толщиной 700 nm регулярность и устойчивость не соблюдаются. Проведены исследования коалесценции доменов, которая зависит как от периода в записи между доменами, так и от толщины самой тонкой пленки.

Ключевые слова: доменные структуры, тонкая пленка, атомно-силовая микроскопия, ниобат лития.

DOI: 10.61011/FTT.2026.02.62721.8822

1. Введение

Тонким пленкам ниобата лития (LiNbO₃-on-Insulator, LNOI) уделяют значительное внимание в современной интегральной фотонике и микроэлектронике благодаря их уникальным пьезоэлектрическим, нелинейно-оптическим и сегнетоэлектрическим свойствам [1–4]. Для управления нелинейными процессами особый интерес представляют доменные структуры в тонких пленках, обеспечивающие эффективное нелинейно-оптическое взаимодействие в режиме фазового квази-синхронизма (QPM) [5], открывая путь к миниатюризации устройств и повышению их эффективности.

Перспективными методами нанодоменной инженерии в тонких пленках LNOI являются метод атомно-силовой микроскопии [6–9], электронное и ионное облучения [10–12]. Эти методы являются инвазивными, бесконтактными и неразрушающими методами с возможностью получения структур с периодом вплоть до субмикронного масштаба. Эти бесконтактные методы позволяют предотвратить характерные для сегнетоэлектриков негативные краевые эффекты на границе электродов, наблюдаемые при применении распространенного полевого способа создания регулярных доменных структур (РДС) путем приложения внешнего поля к системе электродов, нанесенных на поверхность кристалла. Преимуществом этих методов, имеющих непосредственное отношение к данной работе, является возможность создания РДС на полярных поверхностях тонкой пленки LNOI. Такая геометрия возможно применима для некоторых волноводных оптических схем. Целью данной работы является изучение динамики доменов в тонких пленках разной толщины и выявление их общих особенностей и

различий, что позволит создавать регулярные доменные структуры в LNOI.

2. Методика эксперимента

В эксперименте были использованы тонкие монокристаллические слои LNOI (LiNbO₃-on-Insulator) полярной (Z-) ориентации (Nanoln Electronics, Jinan, China).

Тонкие пленки LNOI были созданы с помощью метода ионной имплантации легкими ионами (H, He и др.) с последующим отщеплением тонкого монокристаллического слоя ниобата лития LiNbO₃ и следующим за ним этапом закрепления тонкой пленки на подложке (в нашем случае тонкая пленка представляет собой сэндвич-структуру, состоящую из отщепленного тонкого монокристаллического слоя LiNbO₃, проводящего слоя Au/Pt и слоя SiO₂, которая закрепляется на подложке из объемного кристалла LiNbO₃). Более подробные детали изготовления тонких пленок и волноводных структур можно найти в статьях [13–16].

LNOI, схематически изображенный на рис. 1, скомпонован из монокристаллической тонкой пластины LiNbO₃ и самим кристаллом LiNbO₃ Z-среза, разделенных слоями SiO₂ и металла. Волноводный эффект в верхней (тонкой) пластине достигается благодаря соотношению $n_{SO} < n_{LN}$ (где n_{SO} и n_{LN} — показатели преломления SiO₂ и LiNbO₃ соответственно). В исследованных образцах толщина волноводного слоя LiNbO₃ составляла 700 nm, 500 и 300 nm, толщина металлизированного слоя Au/Pt — 100 nm и толщина SiO₂ — 1.905 μ m. Размер образцов был $X \times Y \times Z = 10 \times 10 \times 0.5$ mm (см. рис. 1, блок-схема).

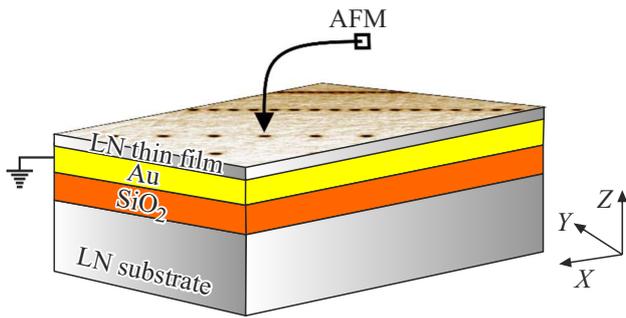


Рис. 1. Схема записи доменов зондом АСМ в тонкой пленке LNOI полярной (Z-) ориентации.

Создание доменных структур различной конфигурации было выполнено микроскопическими методами растровой и векторной литографии с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) [17]. Эксперименты выполнены с помощью зондовой лаборатории Ntegra Prima SPM (NT-MDT, Moscow). Метод векторной литографии был реализован по графическому шаблону, созданному с варьируемыми интервалами между записями путем приложения U_{DC} между проводящим зондом (с покрытием Pt), находящимся в контакте с полярной (Z-) поверхностью. Были записаны одномерные (1D) и двумерные (2D) доменные структуры с помощью приложения постоянного поля U_{DC} зонда АСМ в тонкой пленке LNOI и схематически представлена на рис. 1. Домен, зародившийся в точке контакта зонда с поверхностью, аксиально растет вдоль оси Z. Записанные структуры исследовались методом микроскопии пьезоотклика (PFM). Проведены измерения экспозиционных характеристик формирования одиночных доменов. Локальные петли пьезоэлектрического гистерезиса

$H_\omega - U_{DC}$ (H_ω — сигнал электромеханического отклика, U_{DC} — напряжение зонда АСМ) измерялись с помощью PFM-микроскопии. Особое внимание было уделено анализу пьезоэлектрических петель гистерезиса, на основе которых определены коэрцитивное напряжение и напряжение смещения. Для расчета электрического поля использовалась модель плоского конденсатора.

3. Результаты

3.1. Пьезоэлектрические петли гистерезиса

На рис. 2, a представлены петли гистерезиса при $t_p = 100$ ms (t_p — время подачи импульса напряжения) для трех толщин пленок. Все петли были измерены в близко расположенных точках тонких пленках разной толщины. На рис. 2, b представлены петли пьезоэлектрического гистерезиса, померенные в тонкой пленке толщиной 500 nm при $t_p = 70-1000$ ms.

Измеренные петли гистерезиса качественно характеризуют остаточную поляризацию P_{rem} и коэрцитивное напряжение U_c . Из рис. 2, a и 2, b видно, что есть небольшое снижение E_c , но это снижение находится в пределах ошибки, поэтому можно считать петли частотно-независимыми. Этот результат хорошо согласуется с данными по классическому ниобату лития $LiNbO_3$. Петли униполярны, что может быть причиной присутствия нижнего запирающего слоя, следующего сразу за волноводным слоем. Из данных рис. 2, b видно, что величина H_ω не зависит от t_p и отсутствует релаксация записанных доменных структур, вследствие чего не происходит обратного переключения.

На рис. 3 представлено распределение коэрцитивного напряжения U_c от толщины пленки. Из данных рис. 3 видно, что коэрцитивное напряжение, рассчитанное

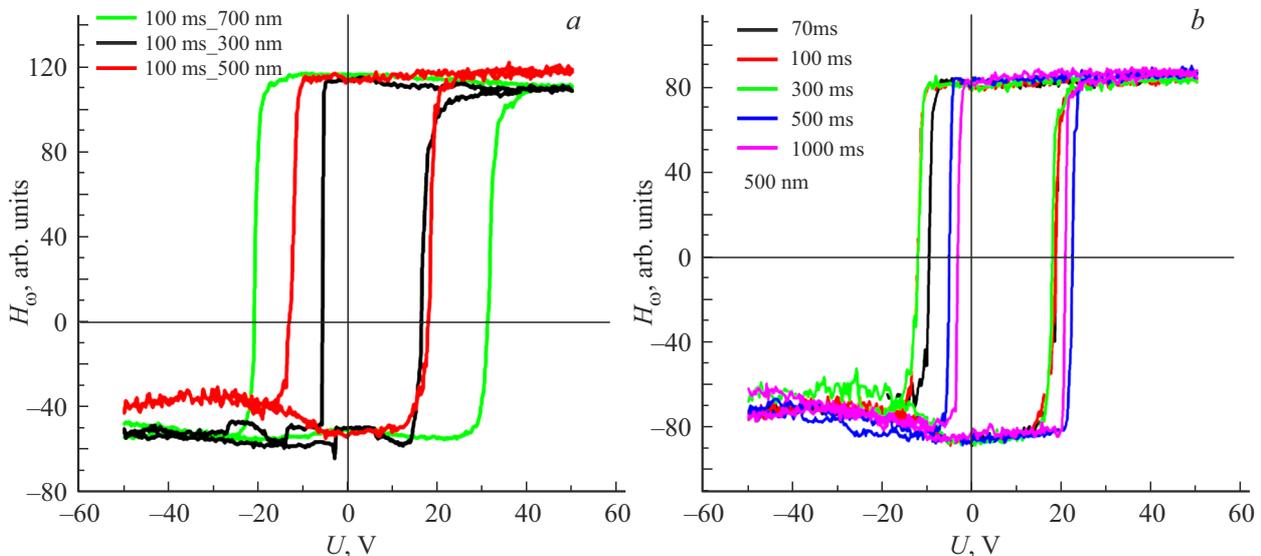


Рис. 2. a — пьезоэлектрические петли гистерезиса в тонких пленках LNOI, измеренные при времени $t_p = 100$ ms; b — пьезоэлектрические петли гистерезиса в тонкой пленке LNOI толщиной 500 nm, измеренные при времени $t_p = (70-1000)$ ms.

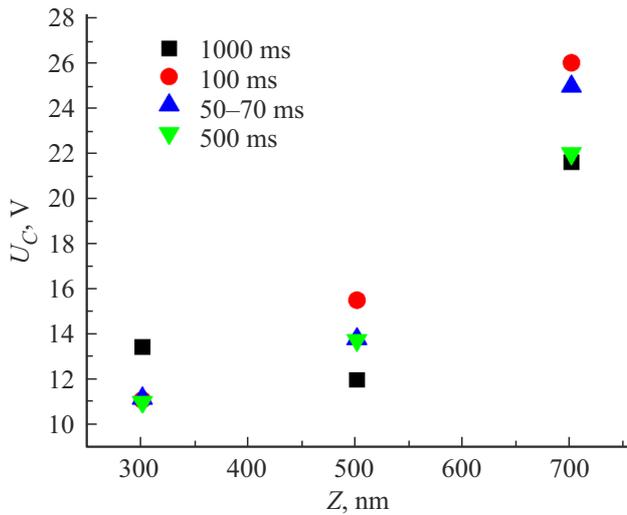


Рис. 3. Распределение коэрцитивного напряжения U_c от толщины пленки.

из пьезоэлектрических петель гистерезиса для тонкой пленки LNOI толщиной 700 nm практически в 2 раза выше, чем для тонкой пленки толщиной 300 nm.

Для расчета коэрцитивного поля была использована модель плоского конденсатора:

$$E = U/D,$$

где D — толщина волноводного слоя.

Модель плоского конденсатора хорошо согласуется с данными по тонким пленкам и численные значения по коэрцитивному полю хорошо согласуются с коэрцитивным полем конгруэнтного LiNbO_3 $E_c = 220 \text{ kV/cm}$.

Из таблицы видно, что для тонких пленок с толщиной 500 и 700 nm при увеличении длительности импульса уменьшается коэрцитивное поле и поле смещения, что характерно для классических сегнетоэлектриков. В тонкой пленке толщиной 300 nm коэрцитивное поле

Расчет коэрцитивного поля E_c для тонких пленок по модели плоского конденсатора

	$d = 300 \text{ nm}$	$d = 500 \text{ nm}$	$d = 700 \text{ nm}$
$t_p = 100 \text{ ms}$	370 kV/cm	310 kV/cm	370 kV/cm
$t_p = 200 \text{ ms}$	367 kV/cm	297 kV/cm	333 kV/cm
$t_p = 500 \text{ ms}$	365 kV/cm	275 kV/cm	315 kV/cm

при возрастании импульса не меняется или незначительно растет, что может быть причиной влияния нижнего запирающего слоя или самой толщины пленки во время записи домена.

3.2. Домены, созданные полем зонда АСМ

На рис. 4 представлены PFM-изображение записанных доменов при времени экспозиции $t_p = 1000 \text{ ms}$ и напряжении $U_{DC} = 30 \text{ V}$ в тонких пленках 300 (a), 500 (b) и 700 nm (c). Домены были записаны по графическому шаблону с определенным периодом в каждом ряду: $\Lambda = 1 \mu\text{m}$, 500 nm, 200 nm и 100 nm, соответственно. Из данных PFM-изображений наблюдаются различия в регулярности и воспроизводимости записанных доменных структур в тонкой пленке толщиной 700 nm. Тогда как для тонкой пленки толщиной 300 nm (так же как и в пленке толщиной 500 nm) наблюдается четко структурируемая запись домена по форме с выдержанными периодами.

Данное расхождение в записях доменных структур можно связать напрямую с тем, что домены в тонких пленках толщиной 300 и 500 nm прорастают на всю толщину пленки и пинингуются на проводящем слое. Тогда как для пленки толщиной 700 nm более существенным является вклад поля деполаризации E_{dep} , и где записанные домены являются приповерхностными и не достигают нижнего проводящего слоя. Эти до-

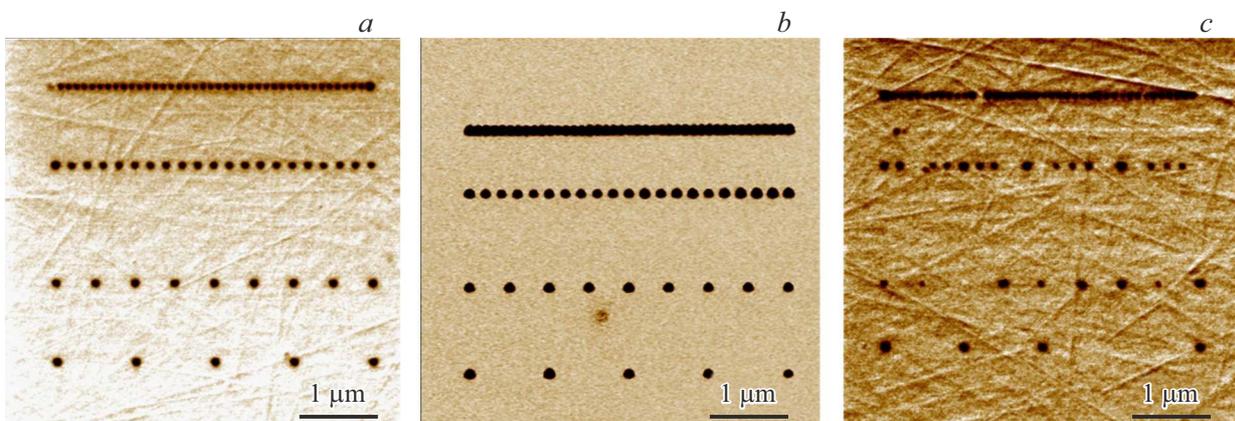


Рис. 4. PFM-изображение записанных доменов при времени экспозиции $t_p = 1000 \text{ ms}$ и напряжении $U_{DC} = 30 \text{ V}$: a — толщина пленки 300 nm; b — толщина пленки 500 nm; c — толщина пленки 700 nm.

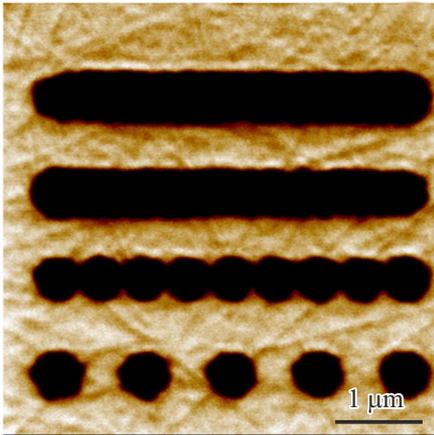


Рис. 5. PFM-изображение записанных доменов при времени экспозиции $t_p = 100$ ms и напряжении $U_{DC} = 50$ V. Толщина пленки 300 nm.

мены являются менее устойчивыми за счет того, что формируются домен типа „голова-к-голове“ или „хвост-к-хвосту“. Отметим, что данная запись характерна для минимальных (начальных) и средних напряжений. Тогда как при максимальных 50 V происходит сквозное прорастание доменов на всю толщину пленки.

На рис. 5 представлено PFM-изображение записанных доменов пленки толщиной 300 nm при времени экспозиции $t_p = 100$ ms и напряжении $U_{DC} = 50$ V. Такой результат в записи доменов уже аналогичен для трех толщин пленок при максимально подаваемых напряжениях. При сближении доменов при определенном расстоянии домены начинают слипаться, происходит их коалесценция. Коалесценция может быть результатом закорачивания доменной границы на нижнем проводящем слое (подавляющего междоменное электростатическое

отталкивание). Но этот вопрос еще открыт для изучения, так как близко расположенные домены с заряженными стенками должны отталкиваться. Здесь же заряд скорее всего стекает на закороченных проводящих доменных стенках с нижним электродом.

На рис. 6 представлена зависимость диаметра доменов от U_{DC} при времени экспозиции $t_p = 100$ ms (a) и 1000 ms (b) для тонких пленок толщиной 300, 500 и 700 nm. Из графиков видно, что наибольший разброс данных наблюдается для пленки толщиной 700 nm и $t_p = 100$ ms и эти данные плохо аппроксимируются. Данные для остальных двух пленок хорошо аппроксимируются линейной функцией, что согласуется с результатами записи в конгруэнтном LiNbO₃.

Из рис. 6 видно, что для тонкой пленки толщиной 300 nm угол наклона зависимости $D(U_{DC})$ более резкий, потому что процесс движения доменной стенки происходит быстрее, чем в пленке толщиной 700 nm.

На рис. 7 представлены экспозиционные зависимости размера домена от времени записи $D(t_p)$ для пленок с толщиной 300, 500 и 700 nm. На рисунке видно, что для пленки толщиной 700 nm наблюдается больший разброс данных, чем для тонких пленок толщиной 300 и 500 nm. Это связано скорее с тем, что домены в пленке с толщиной 700 nm, являются приповерхностными и не дорастают до нижнего запирающего слоя. Для пленок с толщиной 300 и 500 nm на графике справа видно „седловину“ роста домена, что может быть связано с остановкой движения доменной стенки.

Влияние толщины тонкой пленки на запись и рост доменных структур является одним из основных факторов. Можно предположить, что тонкие пленки толщиной 300 nm имеют меньший размер переключаемой области в объеме, электрическое поле более однородно в объеме такой пленки, а домен прорастает на всю ее толщину и закорачивается на нижнем запирающем слое, вслед-

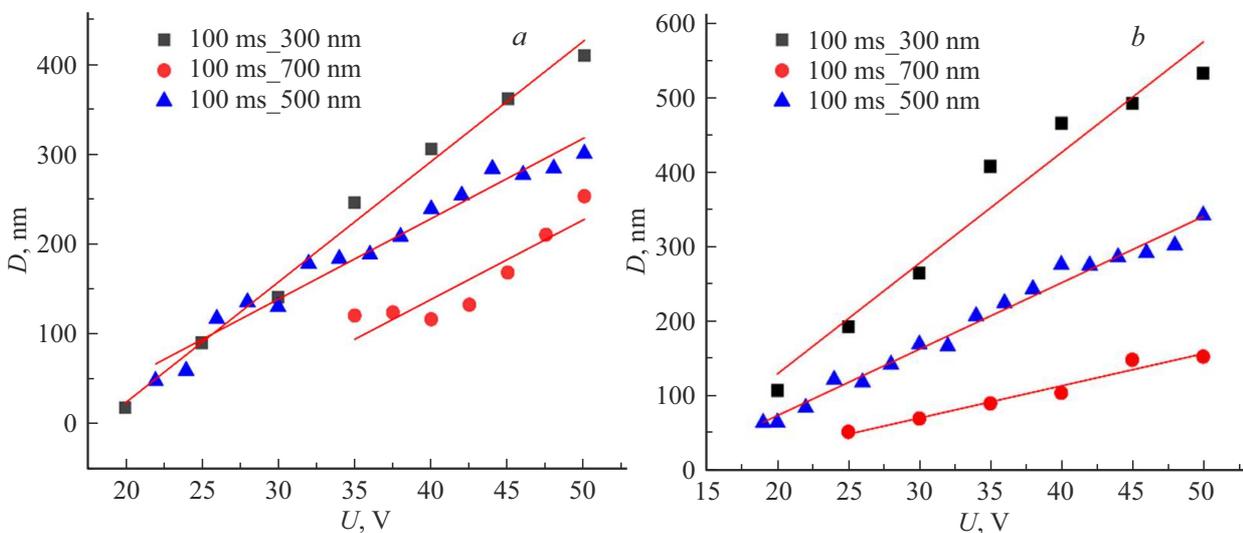


Рис. 6. Зависимость диаметра D доменов от U_{DC} при времени экспозиции $t_p = 100$ ms (a) и 1000 ms (b) для тонких пленок толщиной 300, 500 и 700 nm.

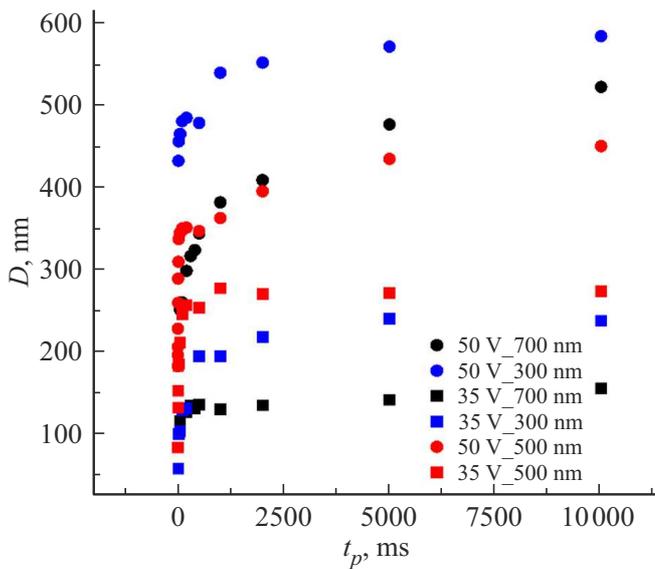


Рис. 7. Экспозиционные зависимости размера домена от времени записи $D(t_p)$ для пленок с толщиной 300, 500 и 700 nm.

ствие чего происходит полное переключение, начиная с минимальных напряжений и времен. В то же время для пленки толщиной 700 nm требуются большие времена записи для полного инвертирования (переключения) доменов.

4. Заключение

В тонких пленках LNOI (LiNbO_3 on-Insulator) (Z-) ориентации с толщиной волноводного слоя 300, 500 и 700 nm были записаны устойчивые 1D- и 2D-доменные структуры с заданным дизайном с помощью зонда АСМ и исследованы их свойства. Были обчислены и получены экспозиционные зависимости доменов $D(t_p)$ и $D(U_{DC})$. На основе данных по кинетике записи доменов был произведен сравнительный анализ специфики роста домена в объеме тонкой пленки. Результаты показали, что толщина волноводного слоя является ключевым фактором, определяющим устойчивость и воспроизводимость доменов. Показано, что в тонких пленках толщиной 700 nm существует большой разброс данных, о чем может свидетельствовать то, что домены не прорастают на всю толщину пленки и находятся в приповерхностной зоне или происходит обратное переключение при коротких временах экспозиции. Тогда как для тонких пленок толщиной 300 nm и 500 nm домены сквозные и прорастают на всю толщину пленки. Полученные пьезоэлектрические петли гистерезиса униполярны. Величина H_w не зависит от t_p , при этом не происходит релаксация записанных доменных структур, что говорит об отсутствии обратного переключения. При сближении доменов происходит коалесценция, начиная с определенного времени экспозиции и напряжения.

Коалесценция может быть результатом закорачивания доменной границы на нижнем проводящем слое (подавляющего междоменное электростатическое отталкивание). Эти данные имеют важное значение для создания стабильных доменных структур, необходимых, например, в нелинейно-оптических преобразователях частоты и в устройствах на основе периодической доменной инженерии.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках Государственного задания НИЦ „Курчатовский институт“.

Благодарности

Работа проведена с использованием оборудования ЦКП „Структурная диагностика материалов“ Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники НИЦ „Курчатовский институт“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] T. Volk, M. Wöhlecke. Lithium niobate: defects, photorefractive and ferroelectric switching. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2008). 250 p.
- [2] P. Ferraro, S. Grilli, P. De Natale. Ferroelectric Crystals for Photonic Applications, Including Nanoscale Fabrication and Characterization Techniques. Springer Series in Materials Science. (2009). 424 p.
- [3] D. Sun, Y. Zhang, D. Wang, W. Song, X. Liu, J. Pang, D. Geng, Y. Sang, H. Liu. Light Sci. Appl. **9**, 197 (2020).
- [4] J.J. Chakkoria, A. Dubey, A. Mitchell, A. Boes. Opto-Electron. Adv. **8**, 240139 (2025).
- [5] A. Rao, S. Fathpour. IEEE J. Sel. Topics Quant. Electron., **24**, 6, 4843–4855 (2018).
- [6] R.V. Gainutdinov, T.R. Volk, H. Zhang. Appl. Phys. Lett. **107**, 162903 (2015).
- [7] T.R. Volk, R.V. Gainutdinov, H. Zhang. Appl. Phys. Lett. **110**, 132905 (2017).
- [8] T.R. Volk, R.V. Gainutdinov, H. Zhang. Crystals **7**, 137 (2017).
- [9] R. Gainutdinov, T. Volk. Crystals **10**, 1160 (2020).
- [10] I. Krasnokutskaya, J.L.J. Tambasco, A. Peruzzo. arXiv:2108.10839 (2021). doi.org/10.48550/arXiv.2108.10839
- [11] B.N. Slautin, H. Zhu, V.Y. Shur. Ferroelectrics **576**, 119–128 (2021).
- [12] B. Slautin, H. Zhu, V.Y. Shur. Ceram. Int. |bf47, 32900–32904 (2021).
- [13] R. Huang, X. Zhang, M. Tang, R. Li, H. Xu, Y. Guo, Zh. Wang. Vacuum **227**, 113353 (2024).
- [14] E. Lang, Th. Beechem, A. McDonald, T. Friedmann, R.H. Olsson, J.O. Stevens, B.G. Clark, K. Hattar. Thin Solid Films **768**, 139719 (2023).

- [15] P.D. Townsend, P.J. Chandler, L. Zhang. Cambridge Univ. Press, Cambridge, UK. (1994). 296 p.
- [16] F. Chen, X.L. Wang, K.M. Wang. *Opt. Mat.* **29**, 1523–1542 (2007).
- [17] A.L. Kholkin, S.V. Kalinin, A. Roelofs, A. Gruverman. *Scanning Probe Microscopy: Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale*. Springer-Verlag, N.Y. (2007). 310 p.

Редактор А.Н. Смирнов