

06 Запись доменов электронным лучом на поверхности +Z-срезов ниобата лития

© Е.В. Емелин, А.И. Ильин, Л.С. Коханчик

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: mlk@iptm.ru

(Поступила в Редакцию 7 августа 2012 г.)

С помощью электронного луча осуществлено переключение спонтанной поляризации на поверхности +Z-срезов кристаллов ниобата лития разного состава. Домены размером 100–200 нм формировались в тонком поверхностном слое, толщина которого зависела от энергии первичных электронов. Размеры участков, на которых формировались субмикронные домены, превышали размеры области облучения. В кристаллах разного состава распределение доменов на поверхности было различным и зависело от способа перемещения электронного луча и условий облучения. Результаты обсуждаются в свете представлений о зарядке диэлектрических материалов электронным лучом. Предполагается, что спонтанную поляризацию в поверхностном слое +Z-срезов ниобата лития переключает поле двойного слоя зарядов, формирующегося в результате зарядового процесса вблизи поверхности.

1. Введение

Метод локальной переполаризации кристаллов при облучении электронами является одним из перспективных и развиваемых способов формирования доменов и регулярных доменных структур (РДС) в ниобате лития (LiNbO_3 — LN). Исследования последних лет показали, что запись РДС с доменами микронных и субмикронных размеров может быть произведена электронным лучом при стандартных режимах работы растрового электронного микроскопа [1–6]. Формирование отдельных доменов и доменных решеток требуемого периода осуществляется в режиме электронной литографии: электронный луч воздействует на необходимые участки кристалла с контролируемой плотностью заряда. Основным преимуществом данного метода является возможность формирования структур произвольной формы, а также варьирование параметров облучения в широком диапазоне.

При записи РДС обычно облучается отрицательная –Z-поверхность ниобата лития. Вектор спонтанной поляризации (\mathbf{P}_s) –Z-поверхности направлен внутрь кристалла. Если внутреннее электрическое поле (E_i) отрицательных зарядов больше коэрцитивного поля (E_c), происходит переключение спонтанной поляризации. Домены, созданные электронным лучом в –Z-срезах, способны дорасти до противоположной (+Z) стороны кристаллов LN толщиной ~ 500 – $750 \mu\text{m}$ [1,3,5]. Возможна запись электронным лучом доменов и РДС на неполярных срезах LiNbO_3 , в которых вектор \mathbf{P}_s параллелен поверхности облучения [6].

При облучении электронами +Z-срезов (вектор \mathbf{P}_s направлен к облучаемой поверхности) создаваемое отрицательными носителями заряда электрическое поле совпадает с направлением \mathbf{P}_s . Принято считать, что в таком случае формирования доменов не происходит. Одна-

ко представленные далее экспериментальные результаты показывают возможность формирования доменов при облучении +Z-срезов кристаллов LiNbO_3 электронным лучом.

2. Образцы и методика эксперимента

Исследовались кристаллы ниобата лития разных составов: LiNbO_3 , близкий по составу к стехиометрическому (NSLN); LiNbO_3 , выращенный с добавкой 1.5 mol.% MgO (LN:Mg); номинально чистый LiNbO_3 , близкий к конгруэнтному составу (CLN).

Все образцы представляли собой оптически полированные пластины толщиной $\sim 0.5 \text{ mm}$. Облучалась +Z-поверхность, противоположная сторона была покрыта слоем Al и заземлена. Полярность срезов определялась пьезоэлектрическим тестером. Для сравнения результатов в некоторых случаях в таких же условиях облучалась –Z-поверхность.

Облучение экспериментальных образцов осуществлялось в растровом электронном микроскопе Zeiss EVO-50 с эффективным диаметром луча 30–50 нм, оборудованном программно-аппаратным комплексом NanoMaker. Эксперименты проводились при разных значениях ускоряющего напряжения (V) электронного луча: 5, 15 и 25 кВ; ток варьировался в диапазоне $I = 0.1$ – 1 nA . При фиксированных значениях ускоряющего напряжения и тока менялись дозы облучения $D = 100$ – $2000 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ ($D = I \cdot t_{\text{irr}}/S_{\text{irr}}$, где t_{irr} — время облучения, S_{irr} — облучаемая площадь). Это позволяло оценивать влияние времени облучения и соответственно величины внедряемого заряда на процесс зарождения и формирования доменов.

Применялись разные способы облучения поверхности электронным лучом (далее схемы 1–3): 1) непрерывное облучение линий шириной $1 \mu\text{m}$ с периодом в $6.9 \mu\text{m}$

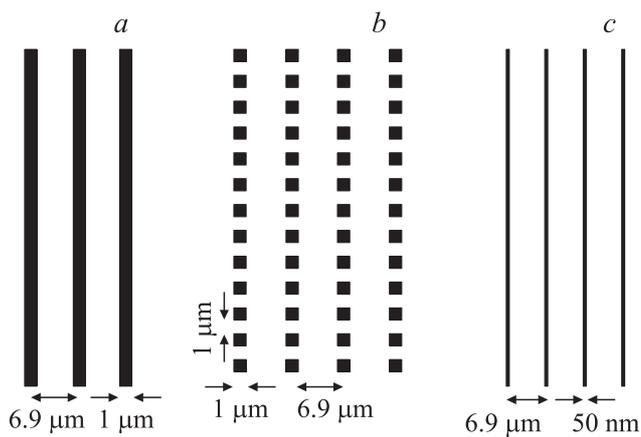


Рис. 1. Способы внедрения заряда электронным лучом при создании периодических линий. *a* — непрерывное облучение линейных областей шириной $1\ \mu\text{m}$, сканирование лучом меандром по X -направлению; *b* — дискретное облучение, ряды из квадратов размером $1 \times 1\ \mu\text{m}$ с интервалом в $1\ \mu\text{m}$, *c* — сканирование электронным лучом, условная ширина линий $50\ \text{nm}$.

(рис. 1, *a*); 2) дискретное облучение квадратов размером $1 \times 1\ \mu\text{m}$ (рис. 1, *b*); 3) рисование периодических линий сфокусированным электронным лучом (рис. 1, *c*). В этом случае шириной линии можно считать диаметр электронного луча ($\sim 30\text{--}50\ \text{nm}$).

Известно, что $+Z$ -поверхность ниобата лития (по сравнению с $-Z$) является поверхностью медленного травления [7,8]. Разная скорость травления участков различной полярности в LN позволяет выявлять домены разного знака на $+Z$ - и $-Z$ -срезах. Селективное химическое травление облученных образцов осуществлялось в горячем растворе кислот $\text{HF} + 2\text{HNO}_3$ в течение $60\ \text{s}$. Это позволило проанализировать особенности распределения доменов по поверхности и глубину их залегания при разных условиях облучения.

После травления образцы исследовались в интерференционном оптическом микроскопе Zeiss Axioplan 2 с использованием дифференциального интерференционного контраста. Рельеф травления анализировался с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ).

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

Облучение при ускоряющем напряжении микроскопа $5\ \text{kV}$ при всех использованных дозах ($D = 100\text{--}2000\ \mu\text{C}/\text{cm}^2$) не привело к изменениям на поверхности исследованных образцов. Изменения на $+Z$ -поверхности образца NSLN были обнаружены после облучения при ускоряющем напряжении микроскопа 15 и $25\ \text{kV}$. На рис. 2 представлены результаты модификации поверхности при $15\ \text{kV}$. Периодические линии

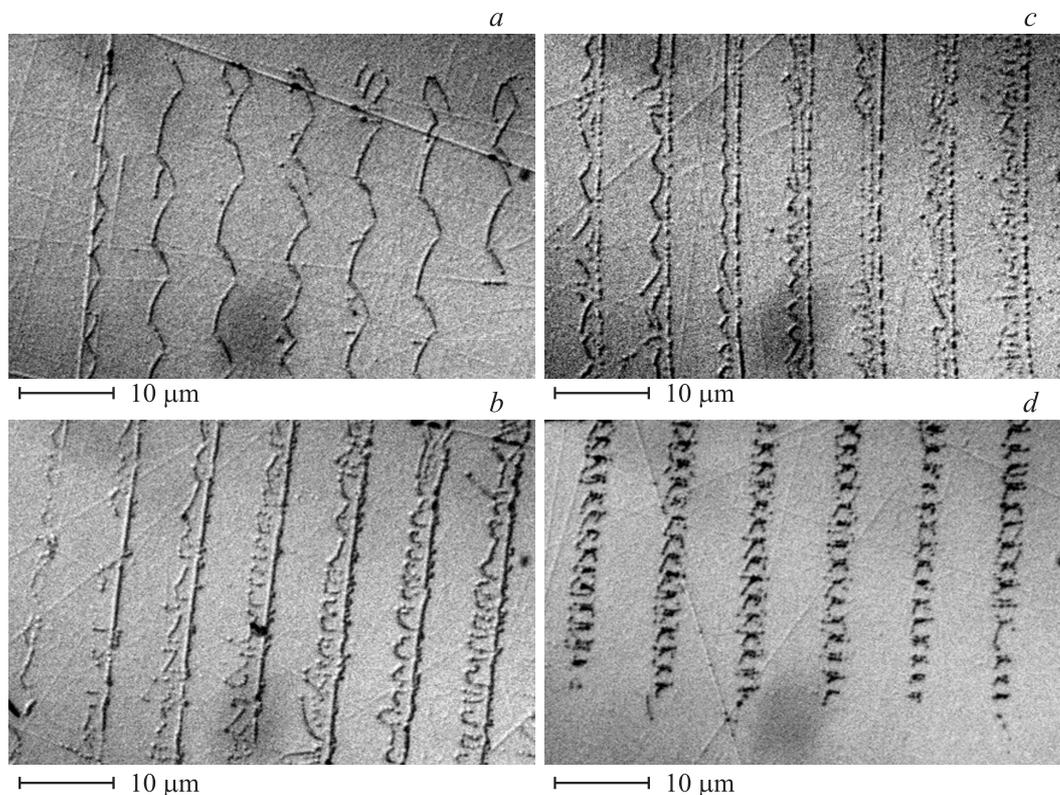


Рис. 2. Оптические изображения картин травления после рисования периодических линий шириной $1\ \mu\text{m}$ по поверхности образца NSLN ($V=15\ \text{kV}$, $I=0.3\ \text{nA}$). Непрерывное (*a*–*c*) и дискретное (*d*) облучение: D , $\mu\text{C}/\text{cm}^2$: *a* — 100 , *b* — 700 , *c* — 2000 , *d* — 1000 .

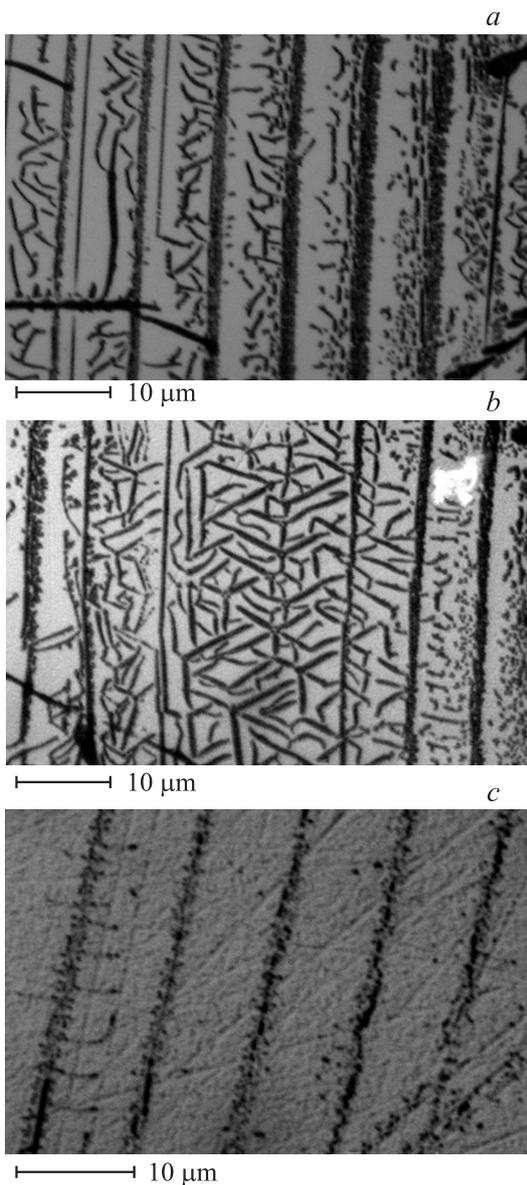


Рис. 3. Оптические изображения картин травления после рисования линий по поверхности ниобата лития разного состава (25 kV , $I = 0.3\text{ nA}$, $D = 1000\text{ }\mu\text{C}/\text{cm}^2$). *a, b* — LN:Mg, разные участки образца, непрерывное облучение (схема 1), *c* — CLN, дискретное облучение (схема 2).

волнообразной формы и субмикронной ширины появлялись после рисования электронным лучом при дозах $100\text{ }\mu\text{C}/\text{cm}^2$. С увеличением дозы облучения на поверхности образца шириной в несколько микрометров возникали дополнительные извилистые рельефные линии и отдельные точки. Модифицированная электронным лучом ширина поверхности становилась постоянной начиная с $D \approx 1000\text{ }\mu\text{C}/\text{cm}^2$ и составляла $\sim 2\text{ }\mu\text{m}$ для всех примененных способов облучения поверхности.

Картинки травления после облучения поверхности +Z-срезов образцов LN:Mg при 25 kV представлены на рис. 3, *a, b*. В образце LN:Mg относительно ров-

ные и иногда достаточно широкие ($\sim 2\text{ }\mu\text{m}$) линии формировались в соответствии со схемой 1 облучения электронным лучом (рис. 1, *a*). Однако между периодическими линиями наблюдалось большое количество дополнительных коротких линий и точек, распределенных хаотически. На некоторых участках поверхности образца вместо периодических линий были обнаружены 120° лучи, типичные для формирования доменов в ниобате лития при УФ-облучении [9,10]. Ширина периодических рядов на поверхности CLN-образца была сопоставима с шириной линий образца LN:Mg. Однако в данном случае между периодическими линиями, состоящими из множества мелких точек, возникало меньшее количество дополнительных рельефных линий (рис. 3, *c*).

АСМ-исследование поверхности образцов показало, что наблюдаемый в оптическом микроскопе рельеф состоит из канавок и ямок травления субмикронной ширины. Канавки формировались в основном из отдельных ямок травления разной формы: треугольной, шестиугольной, пятиугольной. Такая форма характерна для доменов в кристаллах ниобата лития и соответствует кристаллографии материала. Типичные латеральные размеры отдельных отрицательных доменов легкого травления составляли $\sim 100\text{--}200\text{ nm}$. Интервалы между отдельными доменами в линиях были субмикронного размера, при этом наблюдалось постепенное уменьшение расстояния между доменами вплоть до их слияния и формирования сплошной канавки травления. Сплошные канавки травления субмикронной ширины чаще обнаруживались при ускоряющем напряжении микроскопа 25 kV . Типичные изображения нескольких доменов и доменных линий, полученные в АСМ, представлены на рис. 4. В образце LN:Mg в основном формировались субмикронные домены треугольной формы с четкой огранкой. В NSLN-образце форма доменов была более разнообразной: треугольная, пятиугольная, шестиугольная, а их огранка была не столь четкой.

Для объяснения полученных экспериментальных результатов кратко рассмотрим процесс электронно-лучевой зарядки диэлектриков. Согласно имеющимся в литературе представлениям [11–15], при облучении поверхности любого диэлектрика, в том числе LiNbO_3 ($\rho = 10^{14}\text{--}10^{16}\text{ }\Omega \cdot \text{m}$), возникает область пространственного заряда Q_{sc} , образованная первичными электронами, распределенная в глубине образца в виде размытой усеченной сферы. Ее глубина определяется глубиной пробега первичных электронов R_e , которая в свою очередь зависит от энергии электронов и свойств диэлектрического материала. Поле, создаваемое захваченным зарядом Q_{sc} , можно приближенно рассматривать как поле точечного заряда, расположенного на расстоянии $\sim R_e/2$ от поверхности, т.к. именно в этой зоне сконцентрирован основной отрицательный заряд, внесенный электронным лучом, значительная часть которого оседает на центрах захвата — дефектах разной природы. Кинетика заряда Q_{sc} очень сложна и определяется совокупностью ряда взаимосвязанных процессов

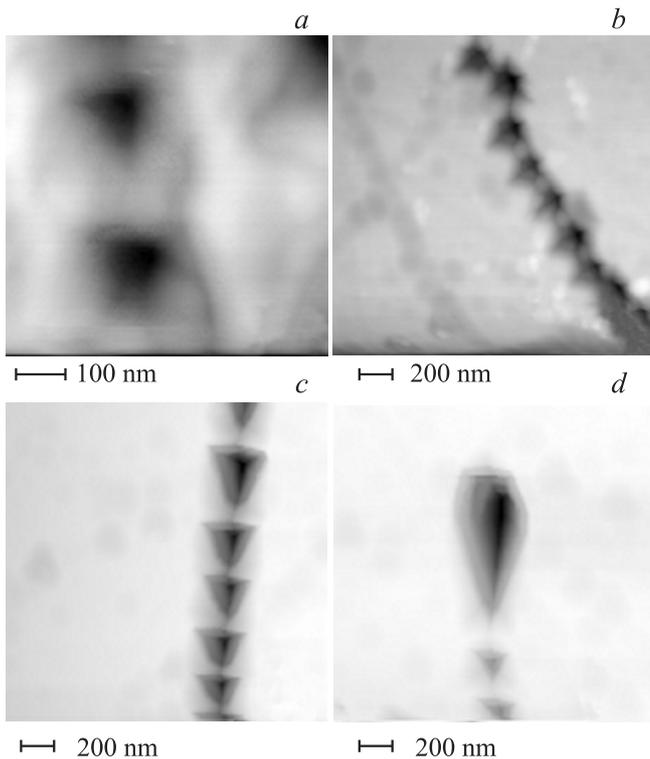


Рис. 4. АСМ-изображения результатов травления в образцах разного состава. *a* — NSLN (15 kV, 0.1 nA, $D = 1000 \mu\text{C}/\text{cm}^2$); *b* — NSLN (15 kV, 0.3 nA, $D = 100 \mu\text{C}/\text{cm}^2$); *c, d* — LN:Mg (15 kV, 0.3 nA, $D = 400 \mu\text{C}/\text{cm}^2$).

(захвата и обратного рассеяния первичных электронов, эмиссии из поверхностного слоя вторичных электронов, перезарядки ловушек, радиационно-индуцированного изменения проводимости и т.д.). В результате этих процессов с течением времени устанавливается зарядовое динамическое равновесие. Величина Q_{sc} , а также значение отрицательного потенциала поверхности выходят на насыщение [14]. Важно отметить, что значительная часть заряда дрейфует и выходит за рамки основной сферы распределения Q_{sc} . Качественная картина формирования Q_{sc} представлена, например, в работе [14].

В [12,14] представлены теоретические модели зарядки диэлектриков с учетом формирования двойного слоя зарядов в зоне облучения. Из-за ухода из образца медленных вторичных электронов (SE) непосредственно вблизи облучаемой поверхности формируется устойчивый слой положительных зарядов. Толщина этого слоя определяется как 3λ (λ — средняя длина пробега SE). SE в диэлектриках могут вылетать с большей глубины, чем в металлах: $\lambda \sim 50 \text{ nm}$ и более [16]. Таким образом, основная часть отрицательных зарядов распределена на глубине $\sim R_e/2$, а положительных — непосредственно у поверхности ($\sim 150 \text{ nm}$). Рассмотрение зарядки диэлектриков, детально представленное в [14], показало, что внутреннее поле двойного электрического слоя у поверхности диэлектрика может быть очень большим,

способным вызывать электромиграцию ионов или поляризацию приповерхностного слоя.

Влияние двойного слоя зарядов у поверхности полярного диэлектрика (в нашем случае ниобата лития) на процесс формирования доменов при облучении электронами до сих пор не изучалось. Качественно рассмотрим этот процесс. Двойной слой зарядов формирует дополнительное внутреннее поле (E_{i2}), которое направлено противоположно полю пространственного заряда Q_{sc} (E_{i1}) с максимальной концентрацией электронов, осевших на ловушках вблизи зоны $\sim R_e/2$. При облучении $-Z$ -поверхности LN внутреннее поле E_{i2} будет совпадать с направлением вектора \mathbf{P}_s и никак не может способствовать переключению спонтанной поляризации. Поле отрицательных зарядов с максимальной концентрацией на глубине $\sim R_e/2$ при достижении значений $E_{i1} > E_c$ (коэрцитивное поле конгруэнтного ниобата лития $E_c = 2.2 \cdot 10^7 \text{ V/m}$ [17]) способно переполаризовать LN в облучаемой зоне кристалла.

При облучении $+Z$ -поверхности внутреннее поле E_{i2} будет направлено противоположно спонтанной поляризации образца и при $E_{i2} > E_c$ должно способствовать осуществлению переключения спонтанной поляризации в некотором поверхностном слое. В более глубоких слоях облучаемого образца электрическое поле зарядов (E_{i1}) сонаправлено с вектором \mathbf{P}_s , и переключение на этих глубинах не может быть реализовано. Схема распределения зарядов и внутренних электрических полей в зоне облучения представлена для $+Z$ -среза на рис. 5.

Таким образом, модели [12,14] допускают возможность переключения спонтанной поляризации на $+Z$ -срезах при облучении электронами, но в слое, ограниченном по толщине. Для оценки толщины этого поверхностного слоя нами был проведен статистический анализ глубин залегания субмикронных доменов после

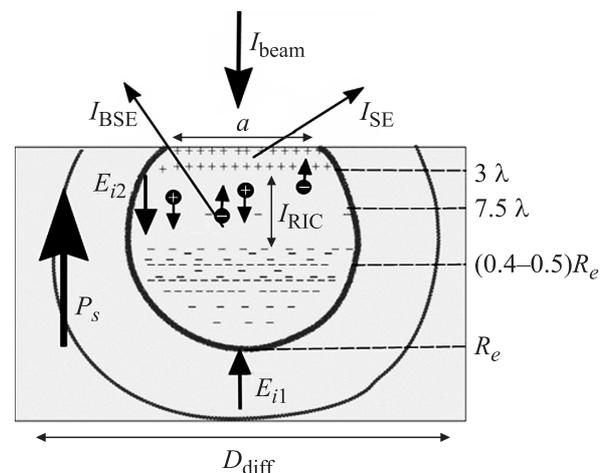


Рис. 5. Схема образования двухслойного заряда и внутренних электрических полей E_{i1} и E_{i2} в зоне облучения $+Z$ -среза. a — ширина облучаемой области, I_{RIC} — радиационно-стимулированный ток, I_{BSE} и I_{SE} — ток отраженных и вторичных электронов соответственно.

травления NSLN-образца. Сравнительная оценка травления –Z-поверхности того же образца без доменов в АСМ показала, что при этом обычно стравливался слой поверхности толщиной около микрометра. Сравнивались глубины сформированных доменов в зависимости от параметров электронного луча: ускоряющего напряжения, тока и величины дозы внедряемого заряда. Эксперименты по внедрению заряда разными способами проводились на одном образце, облученном на разных участках в течение одного эксперимента. Условия химического травления поверхности были также одинаковыми.

Средняя глубина травления, или глубина залегания субмикронных доменов, сформированных при ускоряющем напряжении в 15 кВ, была $h_{av} = 54$ нм при общем разбросе измеренных значений h от 25 до 80 нм. Начиная от пороговых величин заряда, когда переключение только начиналось, глубина залегания доменов росла с увеличением тока электронов (рис. 6, а). При больших

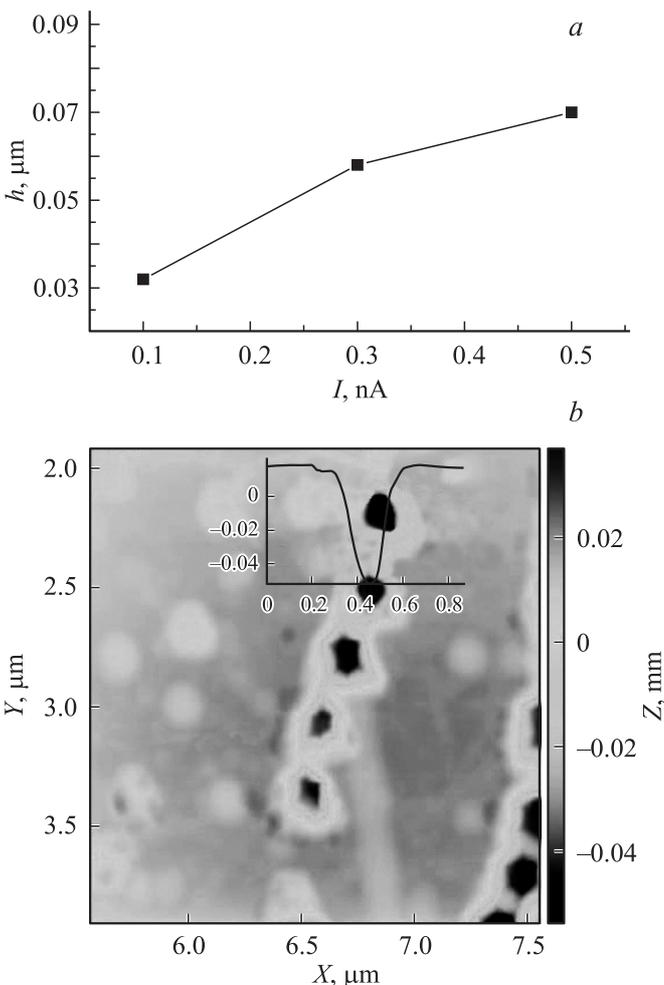


Рис. 6. Измерения глубины доменов. *a* — средняя глубина h для разных величин тока I ($V = 15$ кВ, $D = 100 \mu\text{C}/\text{cm}^2$), *b* — АСМ-изображение гексагональных доменов в NSLN-образце ($V = 15$ кВ, $I = 0.3$ нА, $D = 100 \mu\text{C}/\text{cm}^2$). На вставке показан профиль единичного (второго сверху) домена.

Глубина пробега первичных электронов в LiNbO_3

E_0, keV	R_e, nm		
	[19]	[18]	[20]
5	262.7418	164.3088	134.4086
15	1694.257	1123.629	1209.677
25	4037.589	2746.997	3360.215

дозах прямой зависимости между глубиной доменов и величиной тока электронного луча обнаружено не было. На рис. 6, *b* представлено изображение протравленных доменов, сформированных при пороговых дозах заряда в NSLN-образце.

Измерения средней глубины субмикронных доменов, сформированных при ускоряющем напряжении 25 кВ, показали, что их глубина почти в 3 раза больше ($h_{av} = 152$ нм) при общем разбросе значений от 80 до 250 нм. Таким образом, при большем ускоряющем напряжении домены формировались в более глубоком поверхностном слое.

Были проведены оценки длины пробега электронов R_e в LiNbO_3 с использованием нескольких формул [18–20]. Равновесная величина R_e в общем виде описывается степенной зависимостью

$$R_e = AE_0^k / \rho,$$

где E_0 — начальная энергия электронов, ρ — удельная плотность материала, A — безразмерный коэффициент, k — показатель степени. Параметры A и k в разных формулах имеют различные значения. Безразмерный коэффициент $A = 45.7$ [18], 78.9 [19] и 25 [20], показатель степени $k = 1.7$ [18,19] и 2 [20]. Для ниобата лития $\rho = 4.65 \text{ g}/\text{cm}^3$. Полученные результаты представлены в таблице.

Средняя глубина проникновения электронов при 25 кВ достигает ~ 3360 нм, т.е. максимальная концентрация отрицательного заряда должна находиться на глубине ~ 1300 – 2000 нм. Положительный заряд, как показано выше, концентрируется непосредственно у поверхности в более тонком слое порядка 150 нм. Таким образом, пространственное разделение зарядов может быть существенным. Однако за счет биполярного радиационно-стимулированного тока между положительным и отрицательным слоями зарядов [12–14] эта оценка пространственного разделения зарядов весьма условна. При меньшей начальной энергии облучающих электронов расстояние между отрицательным и положительным слоем зарядов должно значительно уменьшаться. Это в свою очередь уменьшит глубину зоны зарождения доменов при 15 кВ по сравнению с 25 кВ примерно в 2.5 раза. При 5 кВ значение R_e падает более чем на порядок, что может радикально повлиять на формирование двойного слоя зарядов в зоне облучения. Таким образом, оценки косвенно подтверждают возможность образования двойного слоя зарядов вблизи поверхности

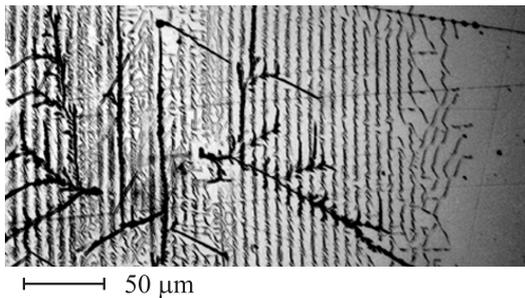


Рис. 7. Результат травления периодических линий, сформированных сфокусированным электронным лучом ($V = 25$ kV, $I = 0.2$ nA) в NSLN-образце при возрастающей (справа налево) дозе облучения (от 100 до $1480 \mu\text{C}/\text{cm}^2$).

при облучении ниобата лития, что создает условия для переключения спонтанной поляризации в тонком поверхностном слое субмикронной толщины.

Чтобы сравнить условия переключения спонтанной поляризации на полярных срезах разного знака, сфокусированным электронным лучом (схема 3, рис. 1, с) при $V = 25$ kV рисовались ряды линий на $+Z$ - и $-Z$ -поверхностях образца NSLN. Линии рисовались с постоянно увеличивающейся (от линии к линии) дозой заряда (100 – $1480 \mu\text{C}/\text{cm}^2$). После травления было обнаружено, что появление первых доменов при данной схеме рисования начиналось после достижения доз ~ 300 – $350 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ на $+Z$ -срезе и 450 – $500 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ на $-Z$ -срезе. Таким образом, можно сделать вывод, что близкие по величине поля ($E_{i1} \approx E_{i2} \geq E_c$), переключающие спонтанную поляризацию на разных полярных срезах, достигаются при сравнимых, но не равных дозах и величинах внедряемого заряда. На обоих полярных срезах после появления первых доменов при дальнейшем увеличении дозы извилистые линии спрямлялись и совпадали с направлением рисования. На рис. 7 представлены периодические линии, созданные электронным лучом при возрастающей дозе на поверхности $+Z$ -среза. С ростом дозы ширина возмущенной облучением поверхности сначала увеличивается (см. также рис. 2), а затем почти не меняется. Возможно, что постепенная стабилизация ширины модифицированных электронным лучом участков связана с упомянутыми ранее особенностями зарядки диэлектриков. С увеличением времени облучения заряд в поверхностном слое сначала увеличивается, растет величина поля пространственного заряда. Затем наступает стадия зарядового динамического равновесия. Несмотря на продолжение облучения, величина заряда Q_{sc} стабилизируется и дальнейшее расширение площади поверхности, возмущенной электронным лучом, приостанавливается. Достаточно широкий размер модифицированных облучением участков может быть связан с интенсивным дрейфом электронов за пределы области непосредственного облучения.

Как видно из рис. 7, при $V = 25$ kV на некоторых участках образца NSLN меняется характер распределения доменов, появляются ветвистые доменные структуры сложной геометрии. Эти домены после травления были самыми глубокими и имели другой оптический контраст.

Дефектная структура подвергнутых облучению кристаллов ниобата лития — стехиометрических, конгруэнтных и с добавкой MgO — существенно различается. В NSLN-кристалле и кристалле LN:Mg расширение модифицированных участков более существенно, чем в CLN. Согласно общепринятой модели дефектной структуры LN [17], изменение ряда свойств с увеличением содержания Li (стехиометрические кристаллы) или при легировании нефоторефрактивными примесями (Mg, Zn и др.) обусловлено уменьшением концентрации структурных дефектных комплексов Nb_{Li} . Величина коэрцитивного поля в стехиометрических кристаллах и кристаллах с умеренной концентрацией магния ниже, чем в CLN [17,21], в связи с этим условия переключения в поле пространственного заряда также могут меняться от образца к образцу. Кроме того, известно, что собственный дефект Nb_{Li} является центром пиннинга доменных стенок, что, несомненно, должно влиять на скорость их движения при росте доменов в поле пространственного заряда, формируемом облучением. Результаты сканирования электронным лучом поверхности исследованных в работе образцов ниобата лития разного типа — конгруэнтного, с добавкой MgO и стехиометрического — подтверждают влияние собственной дефектной структуры на формирование доменов, а также на общие размеры и форму модифицированной электронным лучом поверхности.

4. Заключение

Воздействие электронным лучом на $+Z$ -срезы ниобата лития формирует в поверхностном слое на глубине в несколько сотен нанометров домены субмикронных размеров. Глубина залегания доменов зависит от энергии первичных электронов. Образование доменов объяснено распределением поля заряда в приповерхностном облучаемом слое диэлектрического ниобата лития. Предполагается, что поле двойного слоя зарядов, направленное против вектора спонтанной поляризации $+Z$ -среза LN, локально переключает спонтанную поляризацию в поверхностном слое. Рост доменов в глубь кристалла лимитирует толщина формируемого двойного слоя зарядов. Площадь кристалла, на которую воздействует электронное облучение и в которой происходит возникновение субмикронных доменов, зависит как от собственной дефектной структуры ниобата лития, так и от условий и времени облучения. Полученные результаты могут быть использованы для развития новых подходов в доменной инженерии с помощью электронного облучения ниобата

лития и других родственных сегнетоэлектрических материалов.

Список литературы

- [1] A.C.G. Nutt, V. Gopalan, M.C. Gupta. *Appl. Phys. Lett.* **60**, 2828 (1992).
- [2] C. Restoin, S. Massy, C. Darraud-Taupiac, A. Barthelemy. *Opt. Mater.* **22**, 3, 193 (2003).
- [3] 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).
- [4] J-W. Son, Y. Yuen, S.S. Orlov, L. Hesselink. *Opt. Soc. Am. Photorefract. Eff. Mater. Devices* **99**, 756 (2005).
- [5] L.S. Kokhanchik, M.N. Palatnikov, O.B. Shcherbina. *Phase Trans.* **84**, 9–10, 797 (2011).
- [6] Л.С. Коханчик, М.В. Бородин, С.М. Шандаров, Н.И. Буринов, В.В. Щербина, Т.Р. Волк. *ФТТ* **52**, 1602 (2010).
- [7] O. Norio, I. Takashi. *J. Appl. Phys.* **46**, 1063 (1975).
- [8] V.A. Dyakov, I.V. Yaminsky, D.Yu. Gavrilko, N.F. Evlanova, I.I. Naumova, V.Ya. Schur. *Ferroelectrics* **341**, 131 (2006).
- [9] В.Я. Шур, Д.В. Кузнецов, А.И. Лобов, Д.В. Пелегов, Е.В. Пелегова, В.В. Осипов, М.Г. Иванов, А.Н. Орлов. *ФТТ*, **50**, 4, 689 (2008).
- [10] C.E. Valdivia, C.L. Sones, J.G. Scott, S. Mailis, R.W. Eason, D.A. Scrymgeour, V. Gopalan, T. Jungk, E. Soergel, I. Clark. *Appl. Phys. Lett.* **86**, 022906 (2005).
- [11] Z.G. Song, C.K. Ong, H. Gong. *J. Appl. Phys.* **79**, 7123, (1996).
- [12] J. Cazaux. *J. Appl. Phys.* **85**, 1137 (1999).
- [13] M. Touzin, D. Goeuriot, C. Guerret-Piccourt, D. Juve, D. Treheux, H.-J. Fitting. *J. Appl. Phys.* **99**, 114 110 (2006).
- [14] Э.И. Рау, Е.Н. Евстафьева, М.В. Андрианов. *ФТТ* **50**, 599 (2008).
- [15] S. Fakhfakh, O. Jbara, S. Rondot, A. Hadjadj, J.M. Patat, Z. Fakhfakh. *J. Appl. Phys.* **108**, 093 705 (2010).
- [16] И.М. Бронштейн, Б.С. Фрайман. Вторичная электронная эмиссия. Наука, М. (1969). 408 с.
- [17] T. Volk, M. Wöhlecke. *Lithium niobate: defects, photo-refraction and ferroelectric switching*. Springer-Verlag, Berlin (2008). 240 p.
- [18] A.E. Grun, Z. Naturforsch. A **12**, 89 (1957).
- [19] D.B. Wittry, D.F. Kyser. *J. Appl. Phys.* **38**, 375 (1967).
- [20] *Practical scanning electron microscopy* / Eds J. Goldstein, H. Yakowitz. Plenum Press, N.Y. (1975). 582 p.
- [21] Y. Chen, W. Yan, J. Guo, S. Chen, G. Zhang, Z. Xia. *Appl. Phys. Lett.* **87**, 212904 (2005).