На правах рукописи

Пряхина Виктория Игоревна

ФОРМИРОВАНИЕ И ЭВОЛЮЦИЯ ЗАРЯЖЕННЫХ ДОМЕННЫХ СТЕНОК В МОНОКРИСТАЛЛАХ НИОБАТА ЛИТИЯ И ТАНТАЛАТА ЛИТИЯ

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2019

Работа выполнена в ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Научный руководитель: **Шур Владимир Яковлевич,**
доктор физико-математических наук, профессор

Официальные оппоненты: **Корженевский Александр Леонидович**,
доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, ФГБУН Институт проблем машиноведения Российской академии наук, г. Санкт-Петербург, ведущий научный сотрудник лаборатории микромеханики;

Кострицкий Сергей Михайлович,
доктор физико-математических наук, доцент, Зеленоградское отделение ООО Научно-производственная компания «Оптолинк», г. Москва, Зеленоград, технический директор

Ведущая организация: ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»

Защита состоится «26» апреля 2019 г. в 17:00 на заседании диссертационного совета **Д 212.285.02** на базе ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» http://lib.urfu.ru/mod/data/view.php?d=51&rid=287879

Автореферат разослан «_____» _____ 2019 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Ищенко Алексей Владимирович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования и степень ее разработанности.

Интерес к исследованиям сегнетоэлектриков объясняется сочетанием физических свойств и возможностью формирования доменной структуры заданной конфигурации, что позволяет создавать уникальные элементы для устройств микроэлектроники и нелинейно-оптических схем. По мере развития прикладного применения появляются новые требования к материалам, необходимость выявления определенных закономерностей.

Одноосные сегнетоэлектрики семейства ниобата лития (LN) и танталата лития (LT) находят широкое применение, благодаря уникальному сочетанию электрооптических, нелинейно-оптических, акустических и пьезоэлектрических свойств, а также возможности создания контролируемой доменной структуры [1-3]. LN и LT являются модельными объектами для исследований, поскольку они обладают сравнительно простой доменной структурой со 180º доменными стенками и высокой температурой Кюри. Сегнетоэлектрическая фаза изоморфных LN и LT существует в широком диапазоне состава от конгруэнтных кристаллов (CLN и CLT) с дефицитом лития (около 48,5 мол.%) до стехиометрических (SLN и SLT), причем их свойства существенно зависят от степени отклонения от стехиометрического состава.

Создание контролируемой доменной структуры получило название доменной инженерии. В последние десятилетия с развитием микроэлектроники возник особый интерес к инженерии доменных стенок, где ключевым объектом является непосредственно доменная стенка [4]. *Заряженные доменные стенки* (ЗДС) с высокой проводимостью могут быть использованы в качестве подвижного электронно-активного интерфейса в цельном непроводящем материале [5, 6]. Наличие связанных зарядов на ЗДС приводит к увеличению их электропроводности на несколько порядков по сравнению с электропроводностью материала. Величина электропроводности ЗДС типа «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту» различается и зависит от подвижности носителей заряда [7, 8]. Очевидно, что для стабильного существования ЗДС необходимо обеспечить эффективную компенсацию деполяризующего поля. Одним из способов является создание пространственно неоднородного распределения носителей, приводящего к возникновению внутреннего поля смещения.

Формирование доменной структуры в пространственно неоднородных условиях является важной фундаментальной задачей, поскольку процесс переключения поляризации может рассматриваться как аналог фазового превращения первого рода, а для описания экспериментально наблюдаемых различных метастабильных доменных структур может использоваться кинетический подход [9]. Таким образом, исследование процессов контролируемого создания ЗДС имеет как фундаментальное, так и прикладное значение.

Цель работы – экспериментальное исследование формирования и эволюции доменной структуры с ЗДС в монокристаллах сегнетоэлектриков LN и LT с увеличенной электропроводностью поверхностных слоев и с градиентом состава.

Для реализации поставленной цели были сформулированы следующие **основные задачи**:

1. Изучить влияние ионно-плазменного облучения и отжига в вакууме на электропроводность и оптические свойства CLN и CLT.
2. Изучить изменение пороговых полей переключения поляризации в результате ионно-плазменного облучения и отжига в вакууме CLN и CLT.
3. Исследовать эволюцию доменной структуры при переключении поляризации и формирование ЗДС в CLN и CLT после ионно-плазменного облучения Z+ полярной поверхности.
4. Исследовать эволюцию доменной структуры при переключении поляризации и формирование ЗДС в CLN с поверхностными слоями, модифицированными отжигом в вакууме.
5. Изучить особенности исходной доменной структуры, образующейся в результате охлаждения после фазового перехода, в LT с различным пространственным распределением состава.
6. Изучить изменение с глубиной формы изолированных доменов в CLN и LT с поверхностными слоями, модифицированными высокотемпературным отжигом.

Научная новизна.

Продемонстрированы эффект внутриобъемного переключения поляризации и формирование ЗДС в модифицированных пластинах с повышенной электропроводностью в поверхностных слоях.

Обнаружен рост изолированных доменов в форме звезд и многоугольников с вогнутыми углами, а также ветвление растущих доменов в модифицированных пластинах. Особенности формы отнесены за счет неоднородного распределения остаточного деполяризующего поля на доменной стенке в условиях запаздывания экранирования.

Показано, что увеличение электропроводности в поверхностных модифицированных слоях приводит к значительному уменьшению пороговых напряжений за счет неоднородного распределения поля в объеме.

Практическая и теоретическая значимость работы.

Выявленные закономерности влияния ионно-плазменного облучения и отжига в вакууме на форму доменов и образование ЗДС могут быть использованы для развития методов доменной инженерии и инженерии доменных стенок.

Продемонстрирована возможность объяснения процессов формирования доменных структур с ЗДС и изолированных доменов разнообразной формы в рамках кинетического подхода, использующего аналогию между ростом доменов при

переключении поляризации и фаз при фазовом превращении.

Положения, выносимые на защиту:

1. Понижение порогового напряжения переключения поляризации в CLN и CLT после ионно-плазменного облучения обусловлено значительным увеличением электропроводности облученного слоя, приводящим к неоднородному распределению электрического поля в объеме пластины и уменьшению толщины переключаемого слоя.
2. Качественное изменение формы изолированных доменов при переключении поляризации в растущем поле в CLN и CLT с модифицированным поверхностным слоем обусловлено неоднородным пространственным распределением остаточного деполяризующего поля на доменной стенке при запаздывании экранирования.
3. Формирование ЗДС вблизи Z– полярной поверхности при переключении поляризации в отожженном в вакууме CLN обусловлено разрастанием нанодоменов, возникших при охлаждении под действием пироэлектрического поля и заэкранированных при повышенных температурах.
4. Понижение порогового напряжения вблизи Z– поверхности CLN после отжига в вакууме обусловлено полем, создаваемым градиентом концентрации экранирующих зарядов вблизи модифицированного поверхностного слоя с увеличенной электропроводностью.
5. Изменение формы ЗДС, возникающей в LT с градиентом состава, и образование изолированных доменов обусловлены воздействием пироэлектрического поля при охлаждении после отжига.

Объекты исследования:

– в монокристаллических пластинах CLN и CLT, модифицированных ионно-плазменным облучением и отжигом в вакууме, исследовались эволюция доменной структуры при переключении поляризации во внешнем электрическом поле, а также доменная структура с ЗДС, сформированная в результате переключения;
– в монокристаллических пластинах LT с градиентом состава исследовалась доменная структура с ЗДС, сформированная в результате охлаждения после фазового перехода.

Методология и методы исследования. Экспериментальное исследование свойств модифицированных пластин и доменной структуры проводилось с использованием современного аналитического оборудования. Для исследования эволюции доменной структуры использовалась оптическая поляризационная микроскопия. Визуализация доменной структуры с высоким пространственным разрешением на поверхности пластин осуществлялась с помощью силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМПО), а также после селективного травления с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Для визуализации доменной

структуры в объеме использовались конфокальная микроскопия комбинационного рассеяния (КМКР) и микроскопия генерации второй гармоники типа Черенкова (МГВГ). Измерение пространственного распределения состава пластин проводилось с помощью КМКР. Для определения пространственного распределения электрического поля была разработана оптическая схема на основе линейного электрооптического эффекта, использующая интерферометрический метод.

Достоверность проведенных исследований обеспечивается применением поверенных и калиброванных средств измерений, аттестованных методик измерений, надежной статистикой экспериментов, применением современных и независимых методов обработки экспериментальных данных, согласием с результатами других авторов и непротиворечивостью известным физическим моделям.

Апробация результатов. Основные результаты работы были представлены автором лично на 14 российских и международных конференциях и симпозиумах: 1) Joint international symposium ISFD-11-RCBJSF (Екатеринбург, 2012); 2) 21st International conference on Ion-Surface Interactions (ISI-2013, Ярославль); 3-4) 20я и 21я Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков (ВКС-XX, Красноярск, 2014; ВКС-XXI, Казань, 2017); 5) International conference “Piezoresponse force microscopy and nanoscale phenomena in polar materials” (PFM-2014, Екатеринбург); 6) Joint international symposium RCBJSF-FM&NT (Riga, Latvia, 2014); 7) International workshop on phase transitions and inhomogeneous states in oxides (PTISO, Казань, 2015); 8-9) International workshop “Modern nanotechnologies” (IWMN, Екатеринбург, 2015; 2016); 10) Joint ISAF-ECAPD-PFM conference (Darmstadt, Germany, 2016); 11-12) International conference “Scanning probe microscopy” (SPM, Екатеринбург, 2017, 2018); 13) Russia/CIS/Baltic/Japan symposia on ferroelectrics (RCBJSF, Санкт-Петербург, 2018); 14) European conferences on applications of polar dielectrics (ECAPD, Москва, 2018).

Публикации и личный вклад автора. Основные результаты исследований опубликованы в 33 печатных работах, в том числе в 5 статьях в рецензируемых научных изданиях из перечня ВАК и в 28 тезисах международных и всероссийских конференций. Диссертационная работа выполнена с использованием оборудования Уральского центра коллективного пользования «Современные нанотехнологии» ИЕНиМ УрФУ в рамках исследований, проводимых при частичной поддержке РФФИ (гранты 12-02-31377 мол_а и 13-02-01391 а), Министерства образования и науки РФ (грант 2.1984.2011), гранта компании «ОПТЭК» по поддержке НИР молодых ученых (2012 г.), грантов УрФУ на выполнение НИР молодыми учеными (№1.2.1.5/85 2013 г., 1.2.2.2-14/109 2014 г.), а также стипендий Губернатора Свердловской области (2017/18 уч.г.) и Президента РФ по приоритетным направлениям модернизации и технологического развития российской экономики (приказ №873 от 29.10.2012 г., №1029 от 30.08.2013 г., №418 от 22.04.2015 г.).

Основные результаты работы были получены лично автором или при его активном участии. Выбор направления исследований, обсуждение результатов и формулировка задач проводились с научным руководителем д.ф.-м.н., проф. В.Я. Шуром. Анализ и обработка результатов проводились лично автором. Исследования доменной структуры в отожженных и облученных кристаллах проводились совместно с с.н.с. к.ф.-м.н. Д.О. Аликиным. Визуализация доменной структуры методами оптической микроскопии и СЭМ проводилась лично автором, методом СМПО – совместно с Д.О. Аликиным, методом МГВГ – совместно с н.с. М.С. Небогатиковым и Д.О. Аликиным, методом КМКР – совместно с с.н.с. к.ф.-м.н. П.С. Зеленовским. Ионно-плазменное облучение и вакуумный отжиг образцов проводились совместно с к.ф.-м.н. С.А. Негашевым; VTE отжиг – совместно с м.н.с. Е.Д. Грешняковым.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы. Общий объем работы составляет 125 страниц, включая 78 рисунков, 4 таблицы, список литературы из 156 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертации и степень ее разработанности, сформулированы цели и задачи работы, показаны научная новизна и практическая значимость полученных результатов, изложены положения, выносимые на защиту, определены объекты и методы исследования, приведены сведения об апробации работы, достоверности результатов, личном вкладе автора, структуре и объеме диссертации.

Первая глава посвящена обзору современного состояния исследований по теме. В ней представлены основные особенности сегнетоэлектриков, современные представления об эволюции доменной структуры, в том числе при переключении поляризации в неравновесных условиях, характеристики нейтральных и заряженных доменных стенок. Приведены сведения об исследуемых LN и LT, особенностях их состава и доменной структуры. Описаны эффекты, возникающие в LN и LT в результате различных вариантов высокотемпературного отжига.

Вторая глава является методической и содержит характеристики исследуемых образцов, описание экспериментальных установок и методик.

Исследовались монокристаллические пластины CLN и CLT, толщиной 0,5 мм, вырезанные перпендикулярно полярной оси. Пластины подвергались различным воздействиям: (1) ионно-плазменному облучению Z+ полярной поверхности CLN и CLT, (2) отжигу в вакууме CLN, (3) высокотемпературному отжигу в парах лития CLT (*vapor transport equilibration*, VTE). VTE отжиг использовался для получения стехиометрического состава за счет реакции газотранспортного равновесия при 1100 ºC. Температура радиационного нагрева при ионно-плазменном облучении составляла

400-500 ºС. Отжиг в вакууме проводился при 300-850 ºС. Изменение длительности воздействий позволяло пространственно неоднородно изменять состав и электропроводность исследуемых образцов.

Определение пространственного распределения концентрации Li (c_{Li}) в LT производилось с помощью КМКР (Alpha 300AR, WiTech, Германия) посредством измерения полуширины линии колебаний $E(TO_1)$ фононов [10] и ее изменения по глубине. Измерение поверхностной электропроводности осуществлялось двухзондовым методом (пикоамперметр Keithley 6485, Кливленд, США) и определялось линейной аппроксимацией зависимости тока от приложенного напряжения. Оптическое поглощение модифицированных пластин измерялось с помощью двухлучевого спектрофотометра Cary 5000 (Agilent Technology, США). Для определения зависимости электропроводности и оптического поглощения от глубины модифицированного слоя толщину образца последовательно уменьшали, удаляя поверхностный слой толщиной от 10 до 50 мкм с помощью шлифовально-полировального комплекса (PM5, Logitech Ltd., Великобритания), после чего измеряли соответствующие параметры. Измерение пространственного распределения электрического поля производилось интерференционным методом. В результате прохождения монохроматического пучка света перпендикулярно полярной оси пластины возникала интерференция обыкновенного и необыкновенного лучей. Локальные значения электрического поля определялись по сдвигу интерференционных полос при приложении напряжения вдоль полярной оси. Эволюция доменной структуры исследовалась при помощи оптической поляризационной микроскопии и комплекса для переключения поляризации на базе высоковольтного усилителя (20/20c, Trek, США) и платы ввода/вывода (PCI-6251, National Instruments, США). Для приложения поля использовались прозрачные жидкие электроды на основе насыщенного раствора LiCl, регистрация мгновенных доменных конфигураций осуществлялась высокоскоростной камерой (Fastcamera 13, Fast Vision, США).

Третья глава посвящена исследованию влияния **ионно-плазменного облучения** на электропроводность и оптическое поглощение, а также на эволюцию доменной структуры и формирование ЗДС в CLN и CLT. Показано, что облучение приводит к значительному уменьшению порогового напряжения переключения поляризации и изменению пространственного распределения приложенного поля в объеме образца.

На облученной поверхности ***электропроводность увеличивалась*** до 10^{-9} См (CLN) и 10^{-11} См (CLT) по сравнению с 10^{-16} См в исходных пластинах [1]. На противоположной поверхности величина проводимости не изменялась. Вблизи края собственного поглощения возникала широкая полоса поглощения с максимумом около 500 нм (2,5 эВ) для CLN и 440 нм (2,8 эВ) для CLT. Величина оптической плотности

зависела от параметров облучения. Наблюдаемый эффект отнесен за счет формирования в результате радиационно-стимулированного нагрева в вакууме связанных биполяронов малого радиуса $(Nb_{Li}^{4+}–Nb_{Nb}^{4+})^{2-}$ [11].

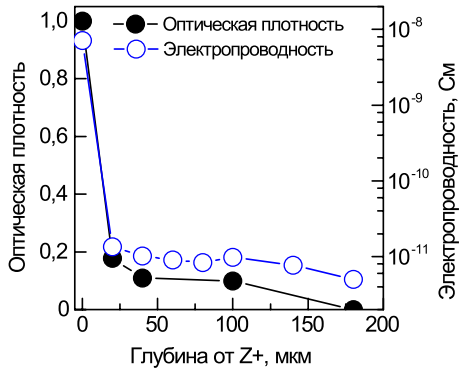

Рисунок 1 – Пространственное распределение оптической плотности (500 нм) и электропроводности в CLN после ионно-плазменного облучения.

Стимулированные облучением увеличение электропроводности и оптической плотности уменьшались с глубиной (Рисунок 1). Максимальные изменения наблюдались в приповерхностном слое толщиной около 20 мкм. В следующем слое толщиной 100-150 мкм величина изменений существенно уменьшалась. Качественное соответствие изменения электропроводности и оптической плотности с глубиной обусловлено вкладом образующихся биполяронов в электропроводность [11].

Эволюция доменной структуры. При переключении поляризации в облученных образцах CLN и CLT первые домены образовывались на необлученной Z– полярной поверхности, тогда как до облучения домены зарождались на Z+ поверхности. Переключение поляризации в CLN и CLT ***в медленно растущем поле*** при малом превышении над величиной порогового поля (E_{th}) приложенного к пластине толщиной d_0 напряжения (U_{ex}) $\Delta E = U_{ex}/d_0 - E_{th}$, позволило выделить три стадии эволюции доменной структуры: (1) образование новых доменов, (2) формирование и удлинение Y ориентированных доменных лучей, (3) боковой рост (уширение) доменов с последующим слиянием. Новые домены возникали в течение всего процесса переключения и принимали форму трехлучевых звезд с лучами, ориентированными вдоль Y направлений (Рисунок 2а). На начальных этапах рост доменов осуществлялся за счет удлинения доменных лучей (Рисунок 2б). При сближении лучей направление их роста изменялось (Рисунок 2в). Увеличение поля стимулировало уширение доменных лучей за счет бокового движения доменных стенок (Рисунок 2г). Движение параллельных доменных стенок существенно замедлялось при сближении. При слиянии доменов формировались квазирегулярные цепи остаточных доменов.

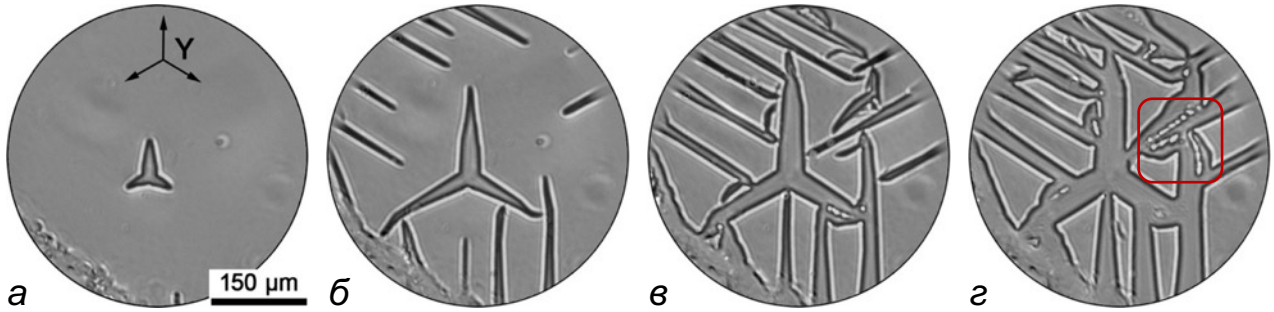

Рисунок 2 – Эволюция доменной структуры в облученном CLN в растущем поле (dE/dt = 5 В/(мм с)). ΔE, кВ/мм: (а) 0,7; (б) 0,8; (в) 0,9; (г) 1,0. Оптическая визуализация.

Переключение поляризации в ***быстро растущем поле*** (dE/dt = 100 В/(мм с)) позволило установить, что эволюция доменной структуры, связанная с потерей устойчивости формы доменной стенки, зависела от ΔE. При $\Delta E < 2$ кВ/мм образовывались лучи, и наблюдалось их ветвление, а при $\Delta E \geq 2$ кВ/мм преобладало боковое движение доменных стенок.

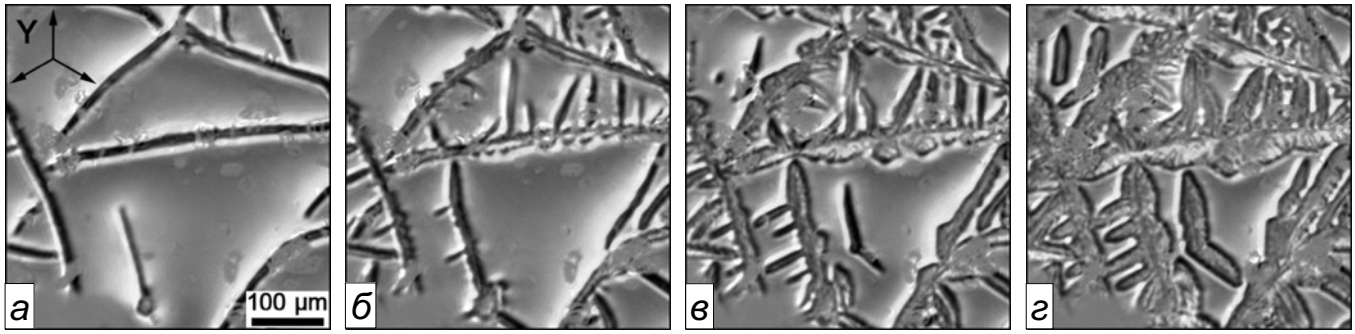

Рисунок 3 – Эволюция доменной структуры в облученном CLN в растущем поле (dE/dt = 100 В/(мм с)). ΔE, кВ/мм: (а) 1,2; (б) 1,7; (в) 2,2; (г) 2,7. Оптическая визуализация.

Переключение поляризации в ***постоянном поле*** позволило подробно рассмотреть влияние величины ΔE на форму растущих доменов. При ΔE = (0,1-0,5) кВ/мм образовывались доменные лучи (Рисунок 4а,б); при ΔE = (0,8-1) кВ/мм – звезды с широкими лучами (Рисунок 4в); традиционные шестиугольные домены образовывались только при $\Delta E \geq 2$ кВ/мм (Рисунок 4г).

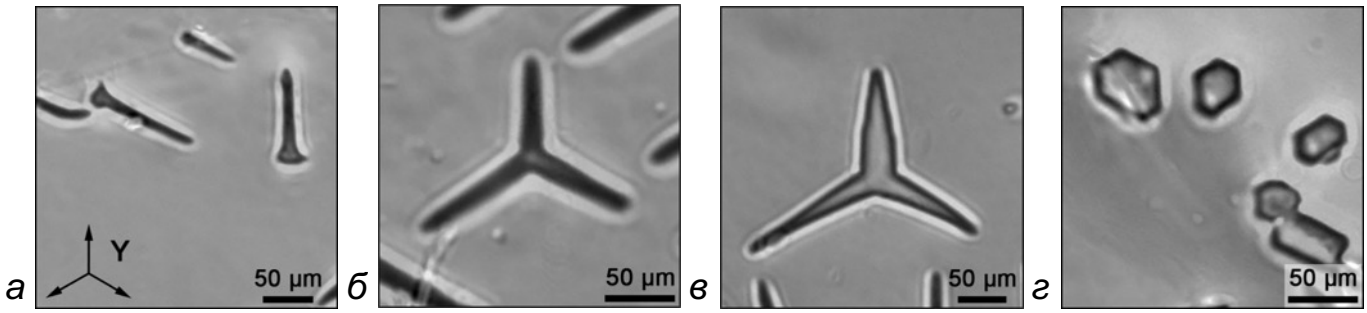

Рисунок 4 – Зависимость эволюции доменной структуры в облученном CLN от ΔE, кВ/мм: (а) ~ 0,1; (б) 0,5; (в) 0,8; (г) 2. Оптическая визуализация.

Отклонения от традиционной треугольной и шестиугольной формы доменов в полях, незначительно превышающих пороговое значение, обусловлено запаздыванием объемного экранирования. Воздействие остаточного деполяризующего поля (E_{rd}) приводило к замедлению и даже полной остановке бокового движения доменных стенок. Меньшее воздействие E_{rd} на вершине луча приводило к генерации новых ступеней только на вершине [9]. Большее воздействие E_{rd} вблизи вершины вогнутого угла приводило к сохранению в слабых полях аномальной формы доменов с вогнутыми углами.

Существование E_{rd} в пластине сегнетоэлектрика толщиной d_0 обусловлено наличием поверхностного естественного или искусственного диэлектрического зазора толщиной L [3, 9]:

$$E_{rd} = \frac{L}{d_0}\frac{2P_s}{\varepsilon_0\varepsilon_L}, \quad (1)$$

где ε_L – диэлектрическая проницаемость зазора. В рассматриваемом случае величина E_{rd} пропорциональна толщине приповерхностного слоя с увеличенной электропроводностью, в котором не происходило переключения поляризации (см. далее).

Скорость бокового движения доменных стенок V_{wall} зависит от величины ΔE:

$$V_{wall}(E) = \mu\Delta E = \mu(E_s - E_{th.w}) = \mu(E_{ex} - E_{rd} - E_{th.w}), \quad (2)$$

где μ – подвижность доменной стенки, E_s – суммарное переключающее поле, $E_{th.w}$ – пороговое поле движения доменной стенки, $E_{ex} = U_{ex}/d_0$.

$E_{th.w}$ для генерации ступеней больше, чем для движения кинков вдоль стенки. В то же время, для многоугольника воздействие E_{rd} на вершинах с выпуклыми углами (Y^+) значительно меньше, чем на плоской части и в вогнутых углах (Y^-). В результате, при малом значении ΔE скорость генерации ступеней значительно превосходит скорость движения кинков и сохраняется аномальная форма доменов с вогнутыми углами. С увеличением E_{ex} уменьшается влияние E_{rd}. Начало превращения домена в форме вогнутого многоугольника (звезды) в выпуклый шестиугольник соответствует выполнению условия $E_{ex} > E_{th}$ в Y^- вершинах (Рисунок 5).

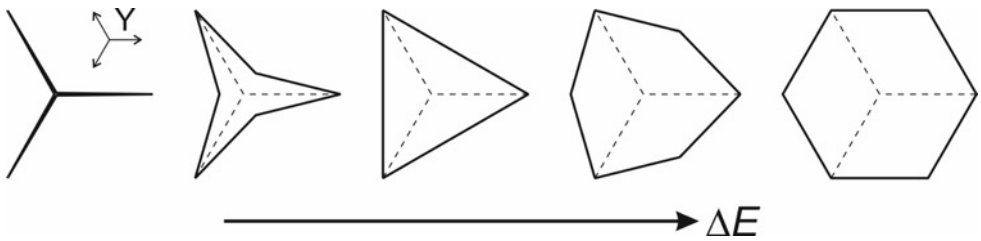

Рисунок 5 – Изменение формы изолированного домена при увеличении внешнего поля.

В результате неоднородного распределения локального значения E_{rd} любая флуктуация формы (выступ) приводит к опережающему движению вершины выступа и образованию ветви. Замедление движения вблизи границы выступа в свою очередь вызывает формирование новой ветви. Воспроизведение процесса приводит к формированию квазипериодической системы параллельных ветвей (Рисунок 3б,в). Воздействие E_{rd}, кроме того, замедляет встречное движение сближающихся параллельных доменных стенок, что приводит к неполному слиянию доменов и образованию квазирегулярных цепей остаточных доменов (Рисунок 2г, Рисунок 3г).

Форма изолированных доменов изменялась в объеме пластины. Анализ оптических изображений и сечений, полученных с помощью КМКР, показал, что вблизи слоя с повышенной электропроводностью происходило сужение Y ориентированных лучей и их «ветвление» с формированием квазирегулярной системы параллельных лучей (Рисунок 6). Изменение формы доменов с глубиной может рассматриваться как эволюция доменной структуры в предположении, что большая глубина залегания соответствует более ранним стадиям роста [12]. Рост многоугольных доменов

осуществлялся за счет формирования на Y ориентированных лучах периодических ветвей, их последующего уширения и слияния. Ориентация и регулярный характер расположения ветвей обусловлены ростом доменов с ЗДС при неэффективном объемном экранировании [3, 9].

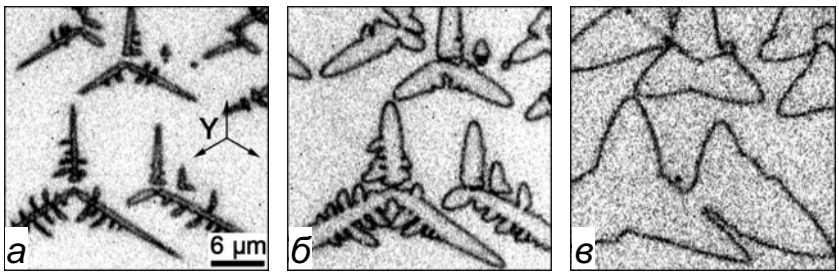

Рисунок 6 – Сечения изолированного домена в облученном CLT. Глубина от Z–, мкм: (а) 385, (б) 365, (в) 250. Визуализация КМКР.

Визуализация с помощью оптической микроскопии доменной структуры, выявленной селективным травлением на неполярном Y срезе, после завершения переключения поляризации (стадия слияния) показала, что прекращение прямого роста доменов в слое с повышенной электропроводностью приводило к формированию зигзагообразных ЗДС типа «хвост-к-хвосту» (Рисунок 7а) с периодом 4 ± 1 мкм и максимальной амплитудой 50-70 мкм.

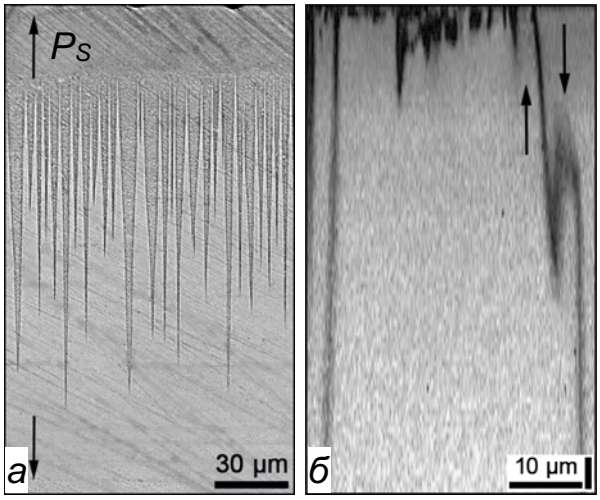

Рисунок 7 – ЗДС на Y срезе CLN: (а) в объеме, оптическая визуализация после травления; (б) вблизи Z– поверхности, визуализация КМКР.

Визуализация с помощью КМКР изолированных доменов, образовавшихся после частичного переключения поляризации, показала, что вблизи необлученной поверхности формировались ЗДС типа «голова-к-голове» (Рисунок 7б) в результате обратного переключения, вызванного запаздыванием экранирования деполяризующих полей [9].

Уменьшение порогового поля. В облученных образцах CLN и CLT наблюдалось значительное понижение E_{th} от 21 кВ/мм до 15 кВ/мм в CLN и 12 кВ/мм в CLT. E_{th} определялось по величине приложенного напряжения U_{th} ($E_{th} = U_{th}/d_0$), при котором появлялись первые домены. Наблюдаемый эффект обусловлен тем, что создаваемый облучением приповерхностный проводящий слой эффективно уменьшает толщину переключаемого слоя (d_s) по сравнению с толщиной пластины (d_0), что приводит к уменьшению порогового напряжения:

$$U_{th} = d_s \frac{U_{th0}}{d_0}, \qquad (3)$$

где U_{th0} – пороговое напряжение для переключения поляризации в необлученной пластине толщиной d_0

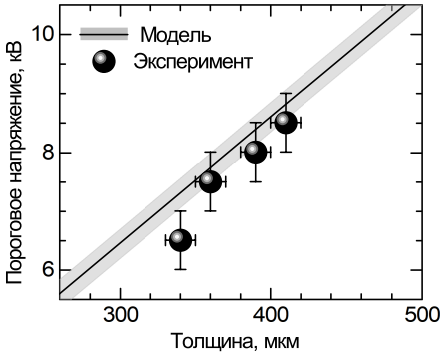

Рисунок 8 – Пороговое напряжение при соответствующей толщине переключаемого слоя.

(Рисунок 8). За толщину переключаемого слоя d_s принимался полностью переключаемый объем без учета области с ЗДС и неоднородной электропроводности. Данная модель ранее использовалась для объяснения уменьшения пороговых полей после облучения CLN легированного MgO (MgO:LN) [13].

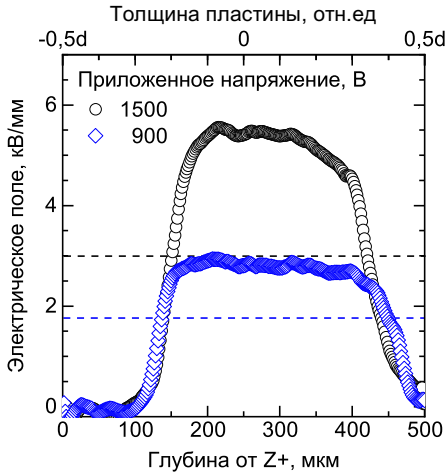

Рисунок 9 – Пространственное распределение электрического поля в облученном CLN.

Распределение электрического поля было измерено в облученных образцах CLN и MgO:LN. Показано, что в немодифицированном слое поле увеличивается, а в модифицированном слое поле пренебрежимо мало (Рисунок 9). В результате локальное значение поля E_{loc} вблизи немодифицированной поверхности превышало пороговое E_{th} при меньшем U_{ex}. Образование и рост новых доменов происходили только в немодифицированном слое, где $E_{loc} \geq E_{th}$. Этот эффект объясняет наблюдаемое уменьшение U_{th} в результате облучения. Величина E_{loc} на Z– поверхности также не превышала E_{loc} в объеме (Рисунок 9). Области спада поля соответствовали областям с ЗДС в объеме и вблизи Z– поверхности (Рисунок 7). Такое распределение поля позволило реализовать внутриобъемное переключение поляризации.

Четвертая глава посвящена исследованию особенностей эволюции доменной структуры и формирования ЗДС в пластинах CLN после **отжига в вакууме** при различных температурах.

В CLN после отжига в вакууме при T > 600 ºC в спектре оптического поглощения появлялась полоса с максимумом около 500 нм (2,5 эВ). Увеличение электропроводности на обеих полярных поверхностях до 10^{-11} См приводило к неоднородному распределению поля (Рисунок 10). Наблюдаемые эффекты качественно подобны воздействию ионно-плазменного облучения, но изменения после отжига в вакууме были менее выраженными. Понижение температуры отжига до 300 ºC не приводило к заметным изменениям электропроводности и оптического поглощения даже после отжига в течение 10 ч.

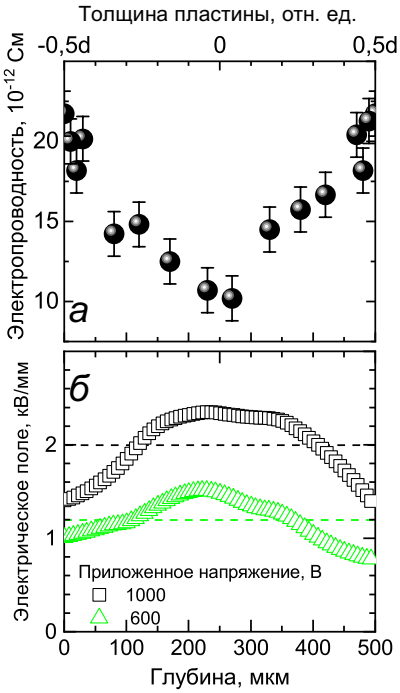

Рисунок 10 – Пространственное распределение (а) электропроводности и (б) электрического поля в CLN после отжига в вакууме.

Эволюция доменной структуры. Отжиг в вакууме при 300 ºC и на воздухе при T < 850 ºC приводили к незначительному уменьшению E_{th} до 19,5-20 кВ/мм, а также к подобным изменениям эволюции доменной структуры. При приложении поля на Z+ поверхности в течение всего процесса переключения поляризации появлялись и

медленно росли изолированные шестиугольные домены (Рисунок 11а,б). СЭМ визуализация показала наличие нанодоменов, образованных под действием пироэлектрического поля при охлаждении после отжига, которые превращались в видимые домены при приложении напряжения.

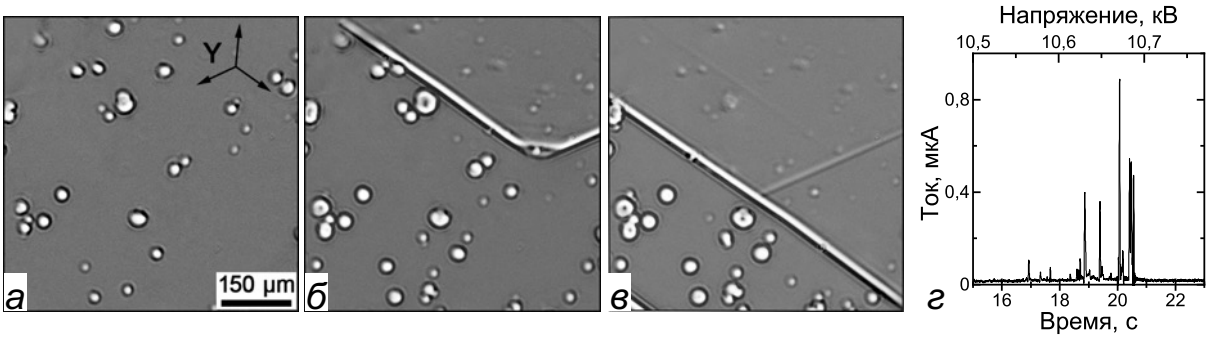

Рисунок 11 – Эволюция доменной структуры в CLN после отжига в вакууме при 300 ºС. Время от начала импульса, с: (а) 18,1; (б) 20,2; (в) 21,0. (г) Ток переключения. Оптическая визуализация.

Характерное для CLN скачкообразное движение плоских доменных стенок, образующихся вблизи краев электрода (Рисунок 11б,в), обусловлено запаздыванием объемного экранирования [3, 9]. Доменные стенки были ориентированы вдоль Y направлений. Скачки доменных стенок сопровождались импульсами тока переключения (Рисунок 11г). В местах остановок доменных стенок формировались «следы доменной стенки», а при слиянии с изолированными доменами – остаточные домены (Рисунок 11в), которые при последующем обратном переключении поляризации служили центрами зародышеобразования.

Высокотемпературный отжиг CLN в вакууме (650-850 ºС) качественно изменял эволюцию доменной структуры. Переключение поляризации в растущем поле позволило выделить два независимо протекающих процесса перестройки доменной структуры, которые начинались: (1) вблизи Z– поверхности в полях около 15 кВ/мм и (2) вблизи Z+ поверхности в полях около 19 кВ/мм.

Вблизи Z– поверхности эволюция доменной структуры состояла из: (1) образования «сетчатой» доменной структуры и (2) плавного движения доменной границы от края электрода (Рисунок 12). Сетчатая структура формировалась однородно на

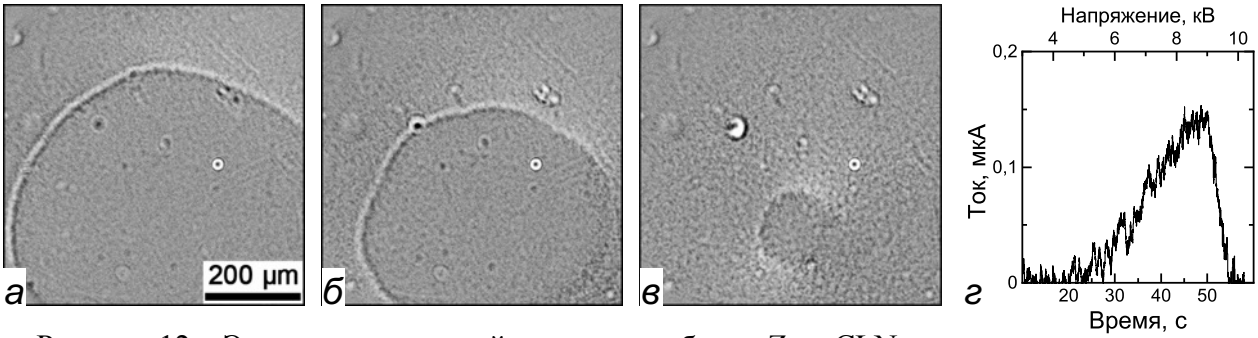

Рисунок 12 – Эволюция доменной структуры вблизи Z– в CLN после отжига в вакууме при 850 ºС. Время от начала импульса, с: (а) 50,5; (б) 51,3; (в) 52,4. Оптическая визуализация. (г) Ток переключения.

всей площади, покрытой электродом, за счет роста приповерхностных нанодоменов (Рисунок 13), созданных пироэлектрическим полем при охлаждении после отжига.

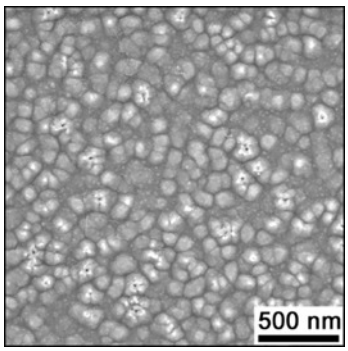

Рисунок 13 – Нанодомены вблизи Z– поверхности. СЭМ визуализация после травления.

Движение доменной границы от края к центру электрода происходило плавно, что приводило к качественному изменению формы тока переключения (Рисунок 12г). Движущаяся доменная граница сохраняла форму окружности. Подвижность доменной границы составляла 0,2 ± 0,02 мм^2/(кВ с). Увеличение длительности отжига приводило к уменьшению порогового напряжения, при котором начинала двигаться доменная граница.

Вблизи Z+ поверхности эволюция доменной структуры начиналась с образования изолированных доменов (Рисунок 14а), которые появлялись в течение всего процесса переключения поляризации и росли за счет бокового движения доменных границ, ориентированных вдоль Y и X направлений (Рисунок 14б,в). Ток переключения имел плавную форму со скачками, вызванными ускорением движения доменных стенок при слиянии (Рисунок 14г).

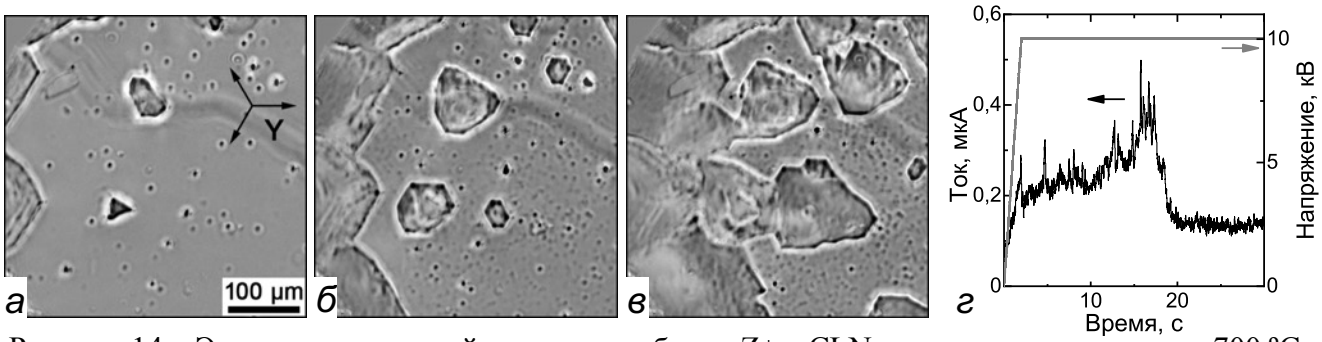

Рисунок 14 – Эволюция доменной структуры вблизи Z+ в CLN после отжига в вакууме 700 ºС. Время от начала импульса, с: (а) 10,0 (б) 15,2 (в)17,5. Оптическая визуализация. (г) Ток переключения.

Стадии прямого прорастания. Визуализация доменов в объеме с помощью КМКР и МГВГ и на Y срезе при помощи оптической микроскопии после селективного травления позволила обнаружить ЗДС с различными периодами и глубиной прорастания, локализованные вблизи обеих полярных поверхностей и на некотором удалении от них (Рисунок 15).

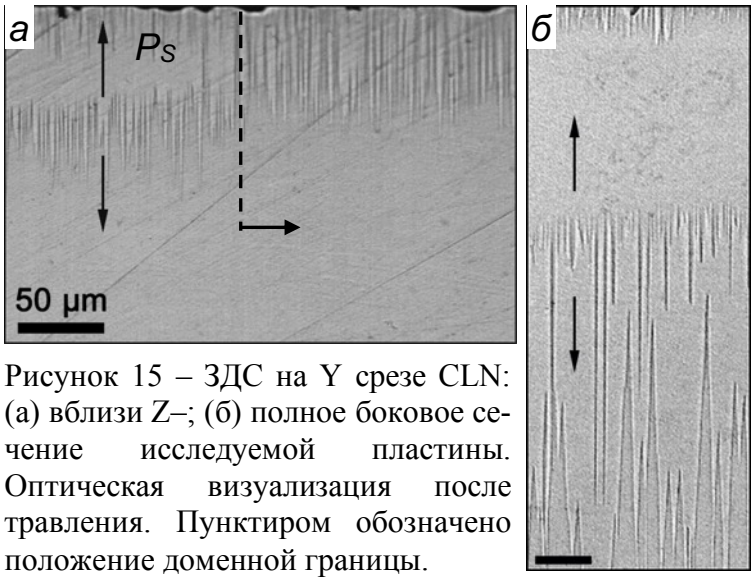

Рисунок 15 – ЗДС на Y срезе CLN: (а) вблизи Z–; (б) полное боковое сечение исследуемой пластины. Оптическая визуализация после травления. Пунктиром обозначено положение доменной границы.

Анализ доменной структуры

на Y срезе позволил выявить этапы формирования ЗДС. Образование сетчатой структуры на Z– поверхности представляло собой несквозное прорастание изолированных доменов. Движение доменной границы от края электрода приводило к слиянию доменов в объеме и формированию областей с ЗДС вблизи Z– поверхности и в объеме (Рисунок 15а). Формирование ЗДС вблизи Z+ поверхности представляло собой прорастание и слияние изолированных клиновидных доменов. Отдельные клинья достигали ЗДС, локализованных в объеме вблизи Z– поверхности (Рисунок 15б).

Тот факт, что переключение поляризации на Z– поверхности начиналось при приложении напряжения значительно ниже порогового, обусловлен пространственно неоднородным распределением поля (Рисунок 10б). Увеличение электропроводности вблизи полярных поверхностей приводило к градиентному распределению экранирующих зарядов (*dn/dz*). Создаваемое градиентом *dn/dz* поле смещения (E_b) приводило к росту доменов вблизи Z– поверхности при меньшем напряжении (Рисунок 16б). При этом несквозные домены вблизи Z–, были эффективно заэкранированы при повышенной температуре, что затрудняло их слияние на поверхности и ограничивало глубину прорастания. Увеличение электрического поля с глубиной приводило к слиянию доменов в объеме и формированию ЗДС (Рисунок 16г).

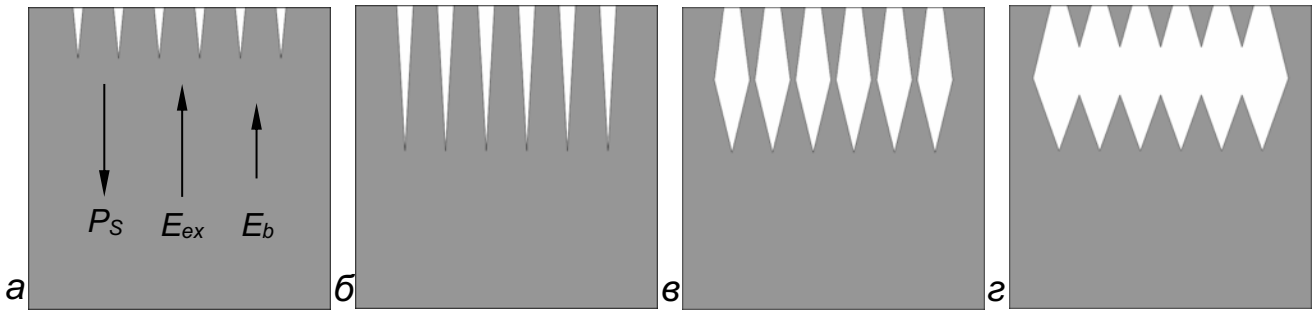

Рисунок 16 – Схема эволюции доменной структуры в объеме вблизи Z–:
(а) исходное состояние с нанодоменами; (б) прямое прорастание,
(в) уширение в объеме, (в) слияние доменов и формирование ЗДС.

Форма доменов. СМПО визуализация доменов на Z– поверхности позволила выявить дендритные домены с лучами, ориентированными вдоль Y направлений. Форма доменов зависела от приложенного напряжения (Рисунок 17). Были выделены различные формы: (1) изолированные домены, (2) цепи доменов (Рисунок 17б) и

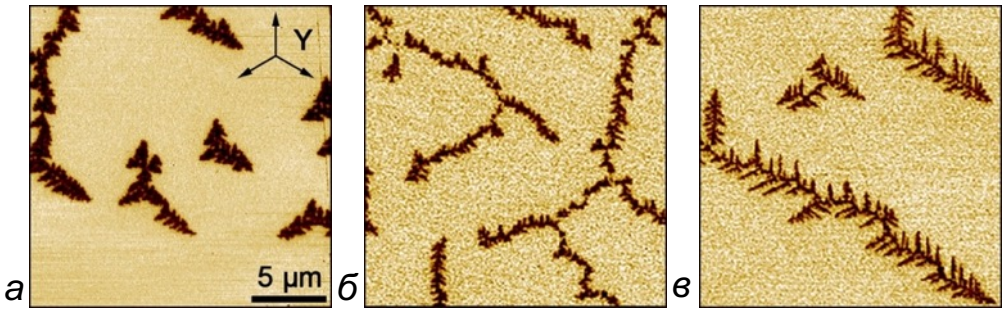

Рисунок 17 – Доменная структура вблизи Z– поверхности CLN после переключения поляризации при разных значениях E_{ex}, кВ/мм: (а) 15; (б) 18; (в) 19. Визуализация СМПО.

(3) цепи доменов с ветвлением (Рисунок 17в). Подобные структуры, форма которых зависела от приложенного напряжения, возникали в CLN с имплантацией ионов Ar [14].

КМКР и МГВГ визуализация доменной структуры в объеме показала, что при удалении от поверхности домены расширяются и сливаются на глубине около 20 мкм, а в области ЗДС вновь распадаются на отдельные домены и сужаются (Рисунок 18). СЭМ визуализация после селективного травления показала, что на Z– полярной поверхности нанодомены не сливались и дендриты состояли из изолированных нанодоменов.

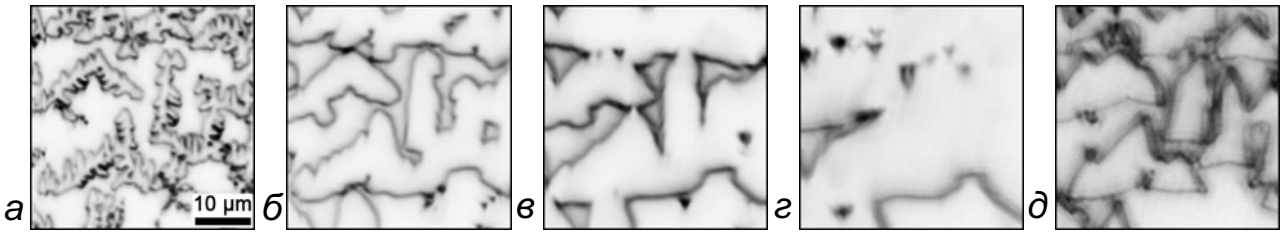

Рисунок 18 – Сечения доменной структуры в CLN на разной глубине от Z–, мкм: (а) 10, (б) 20, (в) 30, (г) 50, (д) 75. Визуализация МГВГ.

Форма сечения изолированных доменов вблизи Z+ поверхности качественно изменялась с глубиной. Непосредственно вблизи поверхности сечение изолированного домена имело дендритную форму (Рисунок 19а), а в объеме – многоугольную (Рисунок 19б).

Формирование дендритных структур вблизи полярных поверхностей обусловлено переключением поляризации в условиях неэффективного экранирования E_{dep}, затрудняющего слияние доменных ветвей. Качественно подобное изменение формы доменов с глубиной наблюдалось вблизи слоя с высокой электропроводностью, созданного ионно-плазменным облучением.

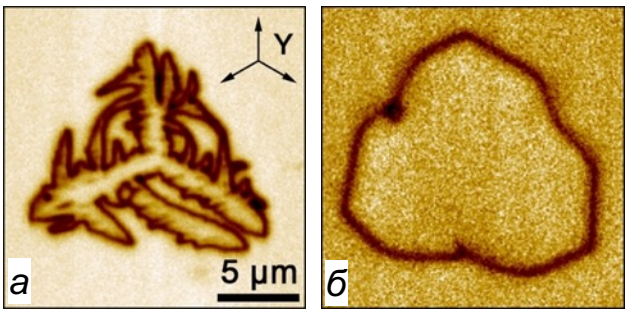

Рисунок 19 – Сечения изолированного домена в CLN (а) на Z+ поверхности, (б) на глубине 10 мкм. Визуализация КМКР.

Пятая глава посвящена исследованию особенностей формирования доменной структуры в пластинах LT с пространственно неоднородным распределением состава, полученным в результате VTE отжига и отжига на воздухе.

Изменение длительности VTE отжига пластин CLT позволяло получать образцы с различным пространственным распределением концентрации Li (c_{Li}). Длительный VTE отжиг (> 96 ч при 1100 ºС) позволял получать LT однородного стехиометрического состава. При меньшей длительности формировалось неоднородное распределение c_{Li} со знакопеременным градиентом концентрации (dc_{Li}/dz) (Рисунок 20).

Значительное увеличение c_{Li} в приповерхностном слое (до 49,5 мол.%) достигалось даже при минимальной продолжительности VTE отжига (нагрева до 1100 ºС и немедленного охлаждения) (Рисунок 20, кривая 4). Увеличение продолжительности

отжига приводило к уменьшению толщины слоя конгруэнтного состава в центральной части пластины. При VTE отжиге более 24 ч конгруэнтный слой исчезал полностью.

Отжиг на воздухе SLT и CLT позволял формировать вблизи поверхностей области с дефицитом Li (Рисунок 20, кривая 5-6). При одинаковой продолжительности отжига на воздухе в SLT толщина слоя с неоднородным распределением c_{Li} (около 100 мкм) и величина изменения c_{Li} на поверхности (0,3 мол.%) превосходили аналогичные параметры в CLT (около 50 мкм и 0,1 мол.%, соответственно), поскольку скорость диффузии Li увеличивается с ростом c_{Li} [15].

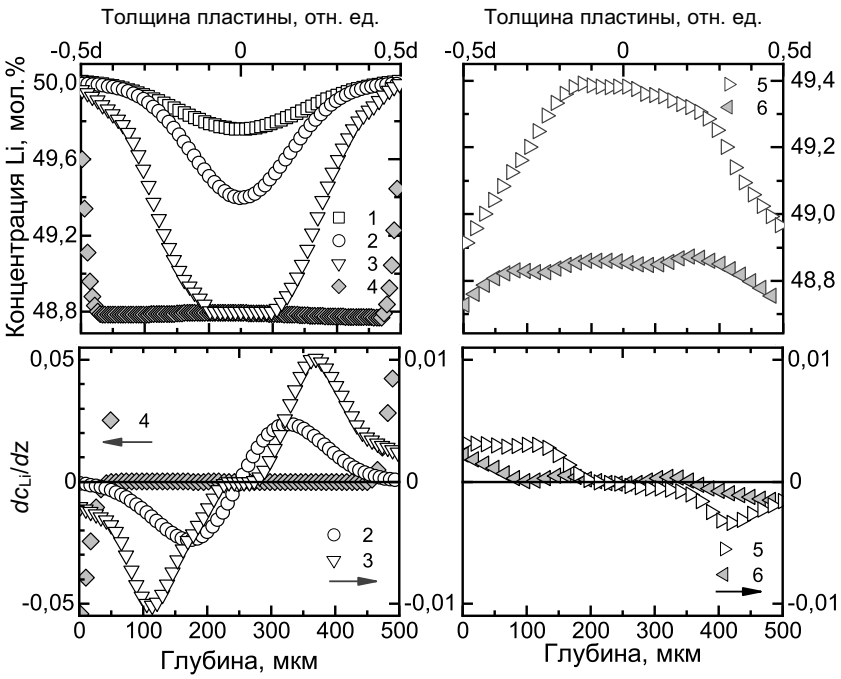

Рисунок 20 – Пространственное распределение c_{Li} и dc_{Li}/dz. *Слева*: после VTE отжига разной длительности образцов CLT, ч: **1** – 72, **2** – 48, **3** – 12, **4** – 0. *Справа*: после отжига на воздухе в течение 12 ч: **5** – SLT, **6** – CLT.

Параметры ***исходной доменной структуры*** существенно зависели от пространственного распределения c_{Li}.

Визуализация на Y срезе после селективного травления показала, что исходная доменная структура в CLT с однородным составом представляла собой трехмерный лабиринт с характерным размером около 150 нм (Рисунок 21а).

В пластинах SLT, полученных в результате длительного VTE отжига, формировалась слоистая полидоменная структура с чередующимися ЗДС с характерным размером около 5 мкм (Рисунок 21б). Форма ЗДС «хвост-к-хвосту» и «голова-к-голове» качественно различались (Рисунок 21в,г). Длина сечения ЗДС «хвост-к-хвосту» в 8 раз больше, чем «голова-к-голове». Отжиг SLT на воздухе приводил к

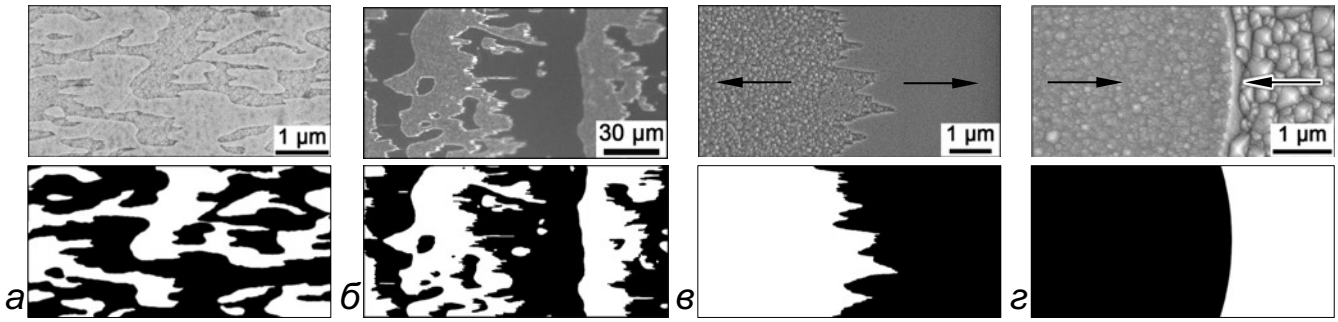

Рисунок 21 – Доменная структура на Y срезе в полидоменном слое: (а) CLT, (б) SLT. ЗДС (б) «хвост-к-хвосту» и (в) «голова-к-голове». (а,в,г) СЭМ и (б) оптическая визуализация после травления.

формированию монодоменных слоев вблизи полярных поверхностей (Рисунок 22).

При минимальной продолжительности VTE отжига (только нагрев и охлаждение) в CLT вблизи полярных поверхностей формировались монодоменные слои толщиной 20-30 мкм, а в объеме с однородным распределением c_{Li} сохранялось полидоменное состояние (Рисунок 23а). Аналогичная доменная структура формировалась после отжига CLT на воздухе.

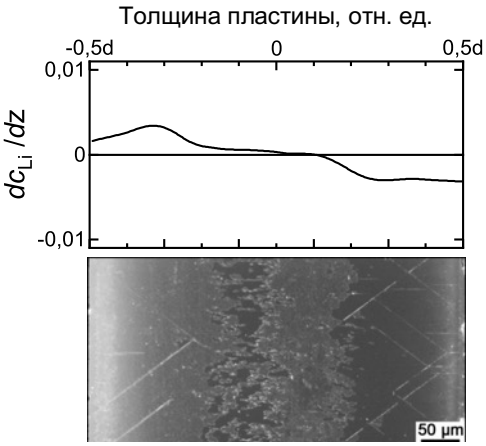

Рисунок 22 – Исходная доменная структура на Y срезе SLT после отжига на воздухе 12 ч. Оптическая визуализация после травления.

Увеличение продолжительности отжига приводило к увеличению толщины монодоменных слоев и уменьшению полидоменного слоя (Рисунок 23б). При увеличении c_{Li} во всем объеме пластины (Рисунок 20 линии 1-2) полидоменный слой исчезал и в середине пластины формировалась одиночная ЗДС «хвост-к-хвосту» (Рисунок 23в).

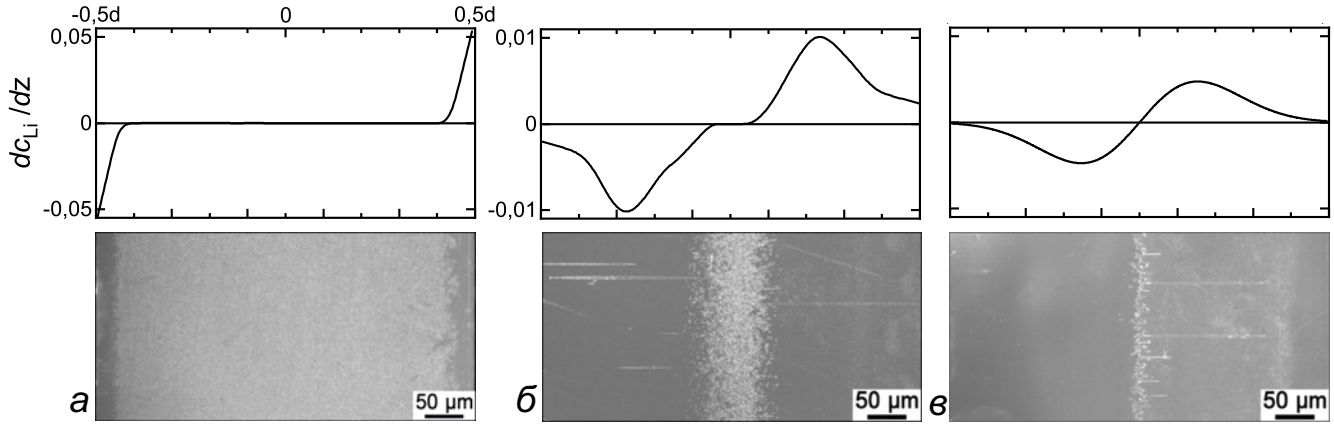

Рисунок 23 – Исходная доменная структура на Y срезе после VTE отжига CLT: (а) 0 ч, (б) 12 ч, (в) 48 ч. Оптическая визуализация после травления.

Для объяснения полученных результатов было рассмотрено формирование доменной структуры в результате фазового перехода при охлаждении после VTE отжига и последующего охлаждения до комнатной температуры. Поскольку уменьшение отклонения от стехиометрического состава приводило к увеличению T_C (от 600 ºС в CLT до 690 ºС в SLT), образование сегнетоэлектрической фазы начиналось в областях с большей c_{Li} с последующим движением межфазной границы (Рисунок 24). В CLT после VTE отжига межфазные границы двигались от поверхности в объем, а в SLT после отжига на воздухе – в обратном направлении.

Локальная ориентация $\boldsymbol{P_S}$ определялась направлением полярной компоненты градиента dc_{Li}/dz, которая может рассматриваться как аналог внутреннего поля смещения (E_b) [16, 17]. В результате движения межфазных границ в области изменения знака градиента формировалась ЗДС. При дальнейшем охлаждении до комнатной

температуры под действием пироэлектрического поля ЗДС «хвост-к-хвосту» приобретала сложную форму за счет роста клиновидных доменов (Рисунок 24).

В пластинах SLT и CLT с однородной c_{Li} распределение областей зарождения сегнетоэлектрической фазы пространственно неоднородно, что приводило к образованию при охлаждении гетерофазного состояния вблизи T_C и формированию неупорядоченной полидоменной структуры с чередующимися ЗДС (Рисунок 21). Существенное различие в SLT формы ЗДС «хвост-к-хвосту» и «голова-к-голове» обусловлено более эффективным экранированием и меньшей напряженностью пироэлектрического поля для проводящих ЗДС «голова-к-голове» [7, 8].

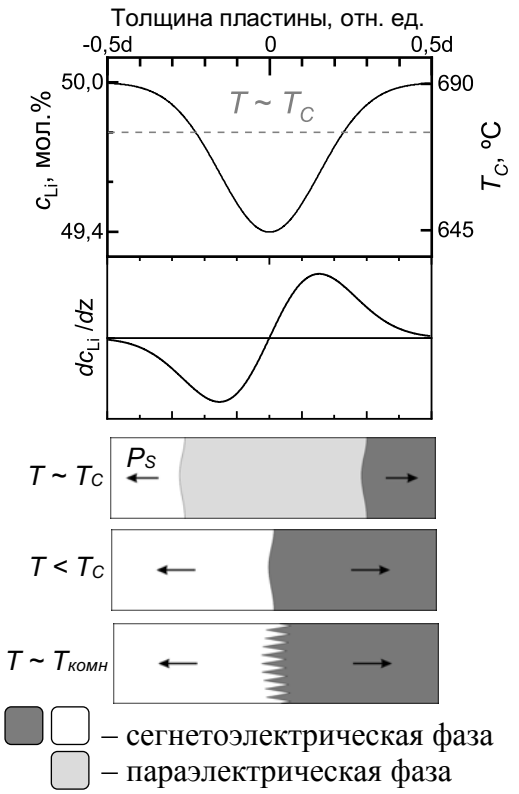

Рисунок 24 – Схема формирования ЗДС в результате охлаждения после VTE отжига.

Воздействие внешнего переменного электрического напряжения при повышенной температуре (1 кВ, 10 Гц, 4 ч, 400 ºС) позволило существенно уменьшить толщину полидоменного слоя за счет частичного распада исходной доменной структуры. Колебания ЗДС в переменном поле приводили к перераспределению объемных экранирующих зарядов, и увеличению смещения ЗДС. При достаточно больших смещениях ЗДС происходила их аннигиляция, приводящая к укрупнению доменов и увеличению объема монодоменного слоя.

Образование в монодоменном слое ***изолированных*** сквозных и несквозных ***доменов***, прорастающих от ЗДС к одной из полярных поверхностей, было выявлено с помощью МГВГ. Этот эффект был отнесен за счет переключения поляризации под действием пироэлектрического поля, возникающего в LT в результате запаздывания объемного экранирования E_{dep} в процессе охлаждения после VTE отжига при температуре ниже 200 ºС [18]. Преимущественное образование новых доменов на доменной стенке в объеме обусловлено повышенной плотностью связанного заряда на поперечной ЗДС ($2P_S$) по сравнению с полярной поверхностью (P_S). Диаметр сквозных доменов не превышал 5 мкм, а их форма существенно изменялась с глубиной из-за изменения состава (Рисунок 25). В приповерхностном слое с составом, близким к

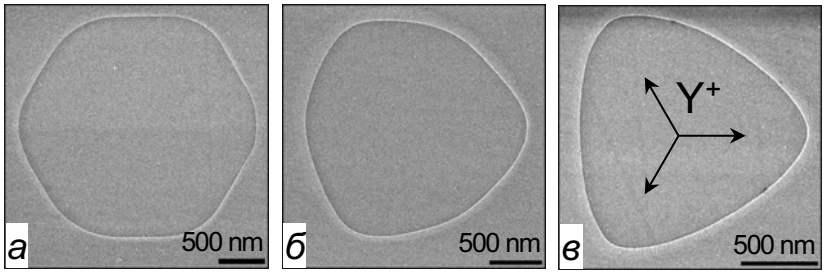

Рисунок 25 – Зависимость формы сечения изолированного домена от изменяющейся с глубиной c_{Li}, мол.%: (а) 49,9; (б) 49,5; (в) 49,1.

стехиометрическому, сечение доменов имело шестиугольную форму, а при уменьшении c_{Li} до конгруэнтного состава – изменялось на треугольную. Субмикронные несквозные домены сохраняли преимущественно круглую форму. Форма доменов в виде кругов и многоугольников со скругленными вершинами обусловлена их ростом при повышенной температуре в условиях конкуренции стохастического (преобладающего при высоких температурах) и детерминированного зародышеобразования, роль которого возрастает при понижении температуры, что приводит к проявлению многоугольной формы [19].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ РАБОТЫ

Проведенные систематические исследования особенностей формирования доменной структуры с ЗДС в монокристаллах LN и LT с модифицированными приповерхностными слоями и с градиентом состава, позволили сделать следующие основные выводы:

1. Выявлен эффект понижения порогового напряжения переключения поляризации в CLN и CLT после ионно-плазменного облучения за счет уменьшения толщины переключаемого слоя и неоднородного распределения электрического поля, вызванного увеличением электропроводности облученного слоя.
2. Показано, что при переключении поляризации в CLN и CLT после ионно-плазменного облучения образуются изолированные домены аномальной формы. Полевая зависимость формы доменов объяснена неоднородным распределением переключающего поля на доменной стенке, вызванным неэффективным экранированием деполяризующего поля.
3. Обнаруженное формирование ЗДС хвост-к-хвосту при переключении поляризации в CLN и CLT вблизи границы слоя, модифицированного ионно-плазменным облучением, отнесено за счет несквозного прорастания и слияния доменов, образующихся на необлученной полярной поверхности.
4. В отожженном в вакууме CLN, обнаружено две стадии переключения поляризации в растущем поле: (1) рост нанодоменов, образовавшихся под действием пироэлектрического поля при охлаждении после отжига вблизи Z- полярной поверхности, и (2) образование и рост доменов вблизи Z+ поверхности. Показано, что формирование двух ЗДС на первой стадии обусловлено аномальным слиянием нанодоменов в объеме, вызванным увеличением поля с глубиной.
5. Обнаруженное понижение порогового напряжения вблизи Z– поверхности CLN после отжига в вакууме обусловлено полем, создаваемым градиентом концентрации экранирующих зарядов вблизи модифицированного поверхностного слоя с увеличенной электропроводностью.
6. В отожженном в вакууме CLN вблизи модифицированных поверхностей образуются дендритные домены, что вызвано уменьшением поля и взаимодействием

заряженных доменных стенок субмикронных несквозных доменов.

7. В LT с неоднородным распределением состава, полученным VTE отжигом, в исходной полидоменной доменной структуре, формирующейся при фазовом переходе, образуются приповерхностные монодоменные слои, обусловленные существованием градиента состава. Увеличение длительности отжига приводит к исчезновению полидоменного слоя и образованию ЗДС.
8. Показано, что для ЗДС голова-к-голове с повышенной электропроводностью изменение формы под действием пироэлектрического поля при охлаждении существенно меньше, чем для ЗДС хвост-к-хвосту.
9. Выявлена корреляция изменения с глубиной локального состава и формы сечений доменов, растущих от ЗДС к поверхности, под действием пироэлектрического поля при охлаждении.

Перспективы дальнейшей разработки темы:

Полученные в ходе выполнения работы результаты будут использованы для развития методов доменной инженерии и создания доменных структур с ЗДС. Целесообразно: (1) провести измерение проводимости ЗДС, созданных описанными в работе методами, (2) исследовать эволюцию доменной структуры в LN и LT, модифицированных высокотемпературным отжигом, исключив влияние пироэлектрического поля при охлаждении, (3) в LN и LT с градиентом состава изучить эволюцию с глубиной формы изолированных доменов, созданных при локальном переключении поляризации.

ЦИТИРУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Crystal growth, characterization, and domain studies in lithium niobate and lithium tantalate ferroelectrics / V. Gopalan et al. // Handbook of Advanced Electronic and Photonic Materials and Devices – Elsevier, 2001. – P. 57–114.
2. Volk, T. Lithium Niobate / T. Volk, M. Wöhlecke – Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2008. – 250 p.
3. Shur, V. Ya. Nano- and micro-domain engineering in normal and relaxor ferroelectrics / V. Ya. Shur // Handbook of Advanced Dielectric, Piezoelectric and Ferroelectric Materials / ed. Z.-G. Ye. – Elsevier, 2008. – P. 622–669.
4. Domain wall nanoelectronics / G. Catalan et al. // Rev. Mod. Phys. – 2012. – Vol. 84. – P. 119–156.
5. Charged domain walls in ferroelectrics / T. Sluka et al. // Topological Structures in Ferroic Materials / ed. J. Seidel. – Cham : Springer International Publishing, 2016. – P. 103–138.
6. Bent ferroelectric domain walls as reconfigurable metallic-like channels / I. Stolichnov et al. // Nano Lett. – 2015. – Vol. 15. – P. 8049–8055.
7. Static conductivity of charged domain walls in uniaxial ferroelectric semiconductors / E. A. Eliseev et al. // Phys. Rev. B – 2011. – Vol. 83. – P. 235313.
8. Large and accessible conductivity of charged domain walls in lithium niobate / C. S. Werner et al. // Sci. Rep. – 2017. – Vol. 7. – P. 9862.

9. Shur, V. Ya. Kinetics of ferroelectric domains: Application of general approach to $LiNbO_3$ and $LiTaO_3$ / V. Ya. Shur // J. Mater. Sci. – 2006. – Vol. 41. – P. 199–210.
10. The composition dependence of the Raman spectrum and new assignment of the phonons in $LiNbO_3$ / A. Ridah et al. // J. Phys. Condens. Matter – 1997. – Vol. 9. – P. 9687–9693.
11. Electron small polarons and bipolarons in $LiNbO_3$ / O. F. Schirmer et al. // J. Phys. Condens. Matter. – 2009. – Vol. 21. – P. 123201.
12. Shur, V. Ya. Micro- and nanodomain imaging in uniaxial ferroelectrics: Joint application of optical, confocal Raman, and piezoelectric force microscopy / V. Ya. Shur, P. S. Zelenovskiy // J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 116. – P. 066802.
13. Polarization reversal in MgO:$LiNbO_3$ single crystals modified by plasma-source ion irradiation / V. I. Pryakhina et al. // Ferroelectrics – 2012. – Vol. 439. – P. 20–32.
14. Formation of nanodomain structures during polarization reversal in congruent lithium niobate implanted with Ar ions / V. Ya. Shur et al. // IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control – 2012. – Vol. 59. – P. 1934–1941.
15. Composition dependence of lithium diffusivity in lithium niobate at high temperature / D. H. Jundt et al. // J. Appl. Phys. – 1992. – Vol. 72. – P. 3468–3473.
16. Rosenman, G. Diffusion-induced domain inversion in ferroelectrics / G. Rosenman, V. D. Kugel, D. Shur // Ferroelectrics – 1995. – Vol. 172. – P. 7–18.
17. Shur, V. Arising and evolution of the domain structure in ferroics / V. Shur, E. Rumyantsev // J. Korean Phys. Soc. – 1998. – Vol. 32. – P. S727–S732.
18. Polarization reversal induced by heating-cooling cycles in MgO doped lithium niobate crystals / V. Ya. Shur et al. // J. Appl. Phys. – 2013. – Vol. 113. – P. 187211.
19. Shape of isolated domains in lithium tantalate single crystals at elevated temperatures / V. Y. Shur et al. // Appl. Phys. Lett. – 2013. – Vol. 103. – P. 242903.

СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ:

1. Charged domain walls in lithium niobate with inhomogeneous bulk conductivity / V. I. Pryakhina, D. O. Alikin, I. S. Palitsin, S. A. Negashev, V. Ya. Shur // Ferroelectrics. – 2015. – Vol. 476. – P. 109–116. – 0,9 п.л./ 0,3 п.л. (Web of Science/Scopus)

2. Domain kinetics in $LiNbO_3$ and $LiTaO_3$ with modified bulk conductivity / V. I. Pryakhina, D. O. Alikin, S. A. Negashev, V. Ya. Shur // Ferroelectrics. – 2016. – Vol. 496. – P. 79–84. – 0,7 п.л./ 0,3 п.л. (Web of Science/Scopus)

3. Electric field distribution during polarization reversal in lithium niobate with inhomogeneous bulk conductivity / V. I. Pryakhina, D. O. Alikin, S. A. Negashev, V. Ya. Shur // Ferroelectrics. – 2017. – Vol. 508. – P. 26–30. – 0,6 п.л./ 0,3 п.л. (Web of Science/Scopus)

4. Эволюция доменной структуры и формирование заряженных доменных стенок при переключении поляризации в монокристаллах ниобата лития, модифицированных отжигом в вакууме / В. И. Пряхина, Д. О. Аликин, С. А. Негашев, В. Я. Шур // Физика твердого тела. – 2018. – Т. 60. – С. 102–106. – 0,6 п.л./ 0,2 п.л. (Web of Science/Scopus)

5. As-grown domain structure in lithium tantalate with spatially nonuniform composition / V. I. Pryakhina, E. D. Greshnyakov, B. I. Lisjikh, A. R. Akhmatkhanov, D. O. Alikin, V. Ya. Shur, A. Bartasyte // Ferroelectrics. – 2018. – Vol. 525. – P. 47-55. – 1,0 п.л./ 0,3 п.л. (Web of Science/ Scopus)

Общее количество публикаций по теме диссертации, включая статьи и тезисы в сборниках и материалах конференций – 33.