

*На правах рукописи*

**Быков Александр Сергеевич**

**ФОРМИРОВАНИЕ БИДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ В  
МОНОКРИСТАЛЛАХ НИОБАТА ЛИТИЯ**

Специальность 05.27.06 – технология и оборудование для производства  
полупроводников, материалов и приборов электронной техники

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Москва

2013

Работа выполнена на кафедре материаловедения полупроводников и диэлектриков Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук, доцент  
Малинкович Михаил Давыдович  
(НИТУ «МИСиС»)

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук, профессор  
Писаревский Юрий Владимирович  
(ИК им. А.В. Шубникова РАН)

кандидат технических наук,  
ведущий научный сотрудник  
Крикунов Алексей Ильич  
(ООО «НПК ФОТРОН-АВТО»)

Ведущая организация: ОАО «НИИ «Полюс» им. М.Ф.Стельмаха», Москва.

Защита состоится « 17 » октября 2013 г. в 16.00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.132.06 в ФГОУ ВПО НИТУ «МИСиС» по адресу 119049, г. Москва, Крымский вал, д.3, корпус «К», ауд. К-212.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС»

Автореферат разослан «    » сентября 2013 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета Д 212.132.06,

Доктор физико-математических

наук,

Костишин Владимир Григорьевич

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы

Монокристаллы ниобата лития ( $\text{LiNbO}_3$ ) в течение многих лет широко применяются в оптике и лазерной технике, акусто – и оптоэлектронике, в качестве элементов интегральной оптики, в ПАВ – структурах и т.д., в которых используются электрооптические и пьезоэлектрические свойства материала. Вместе с тем, имеется важная область техники, относящаяся к электромеханическим преобразователям (актюаторам), работающим на пьезоэлектрическом эффекте, где требования по линейности, прецизионности и температурной стабильности исключительно высоки. В первую очередь это относится к таким областям применения, как калибровка перемещений в нанометровой области, сканирующие устройства зондовых микроскопов, функционирующих в широком диапазоне температур, системы коррекции оптической длины лазерных резонаторов, устройства точной механики и т.д. Во всех такого рода устройствах, работающих на пьезоэлектрическом эффекте, в качестве материала рабочих элементов в настоящее время используется керамика на основе цирконата-титаната свинца (PZT).

Основной причиной, по которой PZT керамика нашла широкое практическое применение, является большие значения продольных и поперечных пьезоэлектрических модулей, что позволяет осуществлять позиционирование при относительно низких управляющих напряжениях. Вместе с тем эти материалы обладают значительным электромеханическим гистерезисом (до 20%), для них характерна невысокая температура Кюри и узкий температурный интервал применения, имеет место существенная зависимость пьезоэлектрических модулей от температуры и напряженности электрического поля, а также ползучесть и значительный эффект старения. Например, при охлаждении пьезокерамики до температуры жидкого азота ее пьезоэлектрические модули уменьшаются до 6 раз.

В качестве альтернативы пьезокерамике принципиально могут быть использованы пьезоэлектрические монокристаллы, в том числе  $\text{LiNbO}_3$ , у которых обратный пьезоэффект реализуется, в отличие от керамики, не за счет по-

ворота векторов поляризации микродоменов, а вследствие деформации кристаллической решетки, что сводит к минимуму недостатки, характерные для пьезокерамики. Однако значения пьезоэлектрических модулей у монокристаллов существенно ниже, чем у керамики, поэтому они, несмотря на их очевидные преимущества, не нашли применения в прецизионных электромеханических устройствах. Но существующая потребность в надежных элементах, обеспечивающих прецизионное безгистерезисное позиционирование в нано- и микро диапозонах, в широком диапазоне температур, стимулирует поиски способов решения этой задачи.

В настоящей работе предложены способы формирования бидоменной структуры в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$  с целью применения этих материалов в прецизионных системах позиционирования по биморфной схеме, используя изгибную деформацию монокристаллических пластин.

**Цель работы:** разработка методов формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  для применения их в качестве рабочих элементов систем прецизионного позиционирования и микромеханики.

Для достижения поставленной в работе цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Разработать модели процессов формирования бидоменных структур в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  высокотемпературным отжигом в неоднородном электрическом поле и под действием тепловых потоков, формируемых в процессе фотонного отжига.
2. Разработать способ формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  отжигом в неоднородном электрическом поле при температуре выше температуры Кюри.
3. Разработать способ формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  под действием тепловых потоков, формируемых в процессе фотонного отжига.
4. Разработать конструкции лабораторных технологических ячеек для формирования бидоменных структур.
5. Определить влияние способов формирования бидоменов и технологических факторов на «ширину» и морфологию междоменных границ.

6. Исследовать электромеханические характеристики монокристаллических биморфов.

**Научная новизна** работы заключается в следующем:

- Разработаны модели формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  методами отжига в неоднородном электрическом поле при температурах выше температуры Кюри и под действием тепловых потоков, формируемых в процессе фотонного отжига.

- Впервые разработаны лабораторные способы создания монокристаллических безгистерезисных, с линейной характеристикой электрическое напряжение – механическая деформация биморфов больших (до 60 мм длиной и 2 мм толщиной) размеров, пригодных для практического применения в системах точного позиционирования, функционирующих в интервале температур от криогенных до  $\sim 700$  К.

- Определена зависимость «ширины» и морфологии междоменных границ от способов формирования бидоменной структуры.

- Предложен способ создания актюаторов точного перемещения на основе монокристаллической бидоменной структуры.

**Практическая значимость** результатов работы.

1. Разработаны способы формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  больших размеров, пригодных для практического применения в системах точного позиционирования.
2. Определены технологические факторы, влияющие на характер междоменной границы.
3. Предложена схема создания актюаторов для систем точного перемещения на основе монокристаллических бидоменных структур.

**Научные результаты, выносимые на защиту:**

1. Метод расчета распределения результирующей электрического поля, создаваемого плоскопараллельными полосовыми электродами, находящимися

под одним потенциалом, между которыми помещается пластина сегнетоэлектрического монокристалла.

2. Способ формирования бидоменной структуры в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$  отжигом в неоднородном электрическом поле при температуре выше температуры Кюри.
3. Расчет распределения тепловых потоков в пластине монокристалла, вызванных действием фотонного нагрева в поглощающей среде.
4. Способ формирования бидоменной структуры в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$  под действием тепловых и световых потоков.
5. Зависимость «ширины» и структуры междоменных границ от способа формирования бидоменной структуры.

### **Апробация работы**

Результаты работы докладывались и обсуждались на:

- XII Национальная конференция по росту кристаллов (НКРК 2006). Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН Москва 23-27 октября 2006 г. ИК РАН.
- Химия твердого тела и современные микро и нанотехнологии. VI Международная конференция. Кисловодск 2006 г.
- III Международная конференция по физике кристаллов Кристаллофизика XXI века 20-26 ноября 2006 г. Москва МИСиС г.Черноголовка
- Всероссийский научно – инновационный конкурс – конференция Электроника Зеленоград, 30 ноября 2006 г.
- International conference Micro- and nano-electronics 2007” October 1st-5th 2007. Moscow. Zvenigorod.
- 1-ая Международная казахстанско-российско-японская научная конференция «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов». 24-25 июня 2008 года, Усть-Каменогорск.
- XIII Всероссийская конференция по физике сегнетоэлектриков (ВКС-XIII). Июнь 2008 года. Санкт-Петербург, СПб ГЭУ «ЛЭТИ».

- Четвертый международный научный семинар 6-11 сентября 2008 года «Современные методы анализа дифракционных данных. Великий Новгород, НовГУ им. Ярослава Мудрого. – С.63.
- Second Intern.Symposium « Micro and nano- scale Domain Structuring in Ferroelectrics», Ural State University, Ekaterinburg, August 22-26 2007.
- 9 European Conference on Application of Polar Dielectrics. Roma, Italy, August 25-29 2008, University Roma.
- 11th International Symposium on Ferroic Domains and Micro- to Nanoscopic Structures and the 11th Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity August 20 - 24, 2012 Russia, Ekaterinburg.
- PIERS 2012 Progress In Electromagnetics Research Symposium Moscow, Russia, on August 19-23, 2012

### **Публикации**

По материалам диссертации опубликовано 7 статей, получены 3 свидетельства ноу-хау, поданы 2 заявки на патент, получено 1 положительное решение.

### **Структура и объем работы**

Диссертационная работа состоит из введения, двух глав, выводов и списка цитируемой литературы, состоящего из 177 наименований. Общий объем диссертации 170 страниц, включая 180 рисунков и 8 таблиц.

### **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** дана общая характеристика работы, обоснована актуальность темы, сформулированы задачи работы, ее научная новизна и выдвигаемые на защиту положения.

**Первая глава** представляет собой аналитический обзор литературы, посвященный методам формирования доменов и доменных структур в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$ .

Рассмотрение литературных данных показывает, что формирование бидоменной структуры с противоположно направленными векторами поляриза-

ции в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$  возможно, но сопряжено с рядом ограничений, таких как необходимость проведения нескольких технологических операций, включающих большой объем механической обработки кристалла-заготовки и сложностями, связанными с формированием бидоменных структур типа «хвост-к-хвосту» и «голова-к-голове» в целом.

На основании анализа литературных данных в конце первой главы сформулированы цель диссертационной работы и основные задачи исследования.

**Вторая глава** посвящена разработке методов формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$ , созданию моделей формирования доменной структуры и влияния на ее форму технологических параметров эксперимента, получению образцов элементов деформации и исследованию их характеристик.

В главе рассматриваются два метода формирования бидоменной структуры в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$ : метод нагрева кристалла в неоднородном электрическом поле (электротермический метод) и метод импульсного светового отжига.

В разделе, посвященном моделированию процессов формирования бидоменной структуры в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$  электротермическим методом, приводится принципиальная схема метода и конструкция рабочей ячейки. Также описывается схема расчета и приводится моделирование распределения электрического поля и форма доменной границы внутри кристалла, помещенного в рабочую ячейку.

Суть метода заключается в том, что с помощью системы расположенных в параллельных друг другу плоскостях электродов, может быть создано неоднородное электрическое поле, напряженность которого меняется от нуля посередине между плоскостями до максимального значения вблизи электродов, при этом векторы результирующего поля направлены навстречу друг другу или в противоположные стороны. Поляризация сегнетоэлектрика происходит благодаря тому, что при температуре фазового перехода ионы лития под действием электрического поля смещаются в катионной подрешетке, а после снижения температуры состояние фиксируется. Направление смещения зависит от струк-



туры электрического поля и определяет направление векторов поляризации в объеме кристалла.

Рассматриваются основные технологические факторы, оказывающие существенное влияние на форму и положение доменной границы в образце, такие как: неточность в определении ориентации исходных пластин; неточность в совмещении центра образца и центра рабочей ячейки; горизонтальное смещение электродов; непараллельность электродов. Рассматривается влияние на распределение напряженности поля конфигурации электродов и соотношения между шириной электрода и шириной образца.

Метод нагрева монокристалла выше температуры Кюри в неоднородном электрическом поле заключается в создании условий, позволяющих наложить на две плоскопараллельные грани кристалла, перпендикулярные или расположенные под заданным углом к полярной оси, электроды определенной конфигурации, на которые подается постоянный электрический потенциал. Создается неоднородное электрическое поле с заданным пространственным распределением величины и направления силовых линий поля в объеме кристалла. Поляризация сегнетоэлектрика происходит благодаря тому, что при температуре фазового перехода под действием электрического поля ионы лития смещаются в катионной подрешетке, а после снижения температуры их положение фиксируется [1]. Направление смещения зависит от распределения силовых линий электрического поля и определяет направление вектора поляризации в объеме кристалла.

Ориентировка граней кристаллов относительно полярных осей выбирается из условия максимального пьезомодуля для используемого сегнетоэлектрического кристалла на стадии изготовления заготовок для формирования в них биморфных структур. Это позволяет получать максимальные величины механической деформации «сжатие-растяжение» при приложении электрического поля.

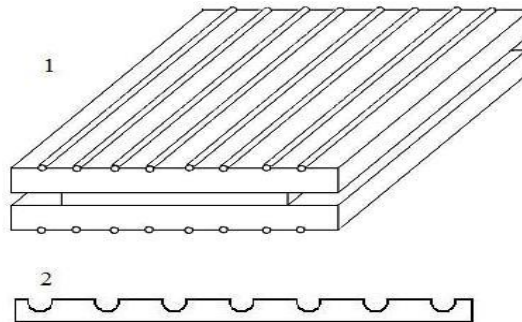
Результирующая проекция вектора напряженности электрического поля одноименно заряженных электродов меняется по толщине кристалла, напряженность электрического поля максимальна на полярных гранях и близка к нулю в середине кристалла, где расположена плоскость нулевого потенциала.

Конструкция электродов дает возможность управлять положением доменной границы, ее формой и объемами доменов.

Для получения структур с одной доменной границей в пластине  $\text{LiNbO}_3$  использована система полосовых электродов, ширина, толщина и период которых зависят от геометрии кристалла, создающих в объеме кристалла, согласно теореме Остроградского-Гаусса, неоднородное электрическое поле, симметричное относительно центра образца. При нагреве рабочей ячейки до температуры Кюри с приложением электрического поля от электродов вглубь кристалла происходит проращение двух доменов с противоположными направлениями векторов поляризации. Направление и скорость задаются плотностью распределения и ориентацией силовых линий электрического поля в пластине. Необходимо обеспечить зарождение и проращение доменов по всей площади кристалла. Домены встречаются в области нулевого потенциала электрического поля и формируют в кристалле бидоменную структуру с одной междоменной границей.

Температура Кюри исходных пластин монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  определяется методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Из данных, полученных в ходе термических исследований можно сделать вывод, что температура Кюри исследуемых образцов лежит в интервале 1110 – 1150 °С, пик реакции приходится на температуру 1138,4 °С, что соответствует температуре фазового перехода монокристаллов ниобата лития конгруэнтного состава (~ 49 %  $\text{Li}_2\text{O}$ ) [2].

Далее в работе приводятся результаты эксперимента по формированию бидоменной структуры в монокристаллах  $\text{LiNbO}_3$  электротермическим методом. Принципиальная схема рабочей ячейки представлена на рисунке 1. Скорость резистивного нагрева составляла 300 °С/ч и лимитировалась характеристиками печи. Программа отжига: нагрев до 1150 °С за 220 мин, отжиг при 1150 °С длительностью 15 мин, охлаждение до 800 °С за 60 мин, после этого печь выключалась и инерционно охлаждалась до комнатной температуры. В процессе нагрева при температуре 800 °С на рабочую ячейку и корпус печи подавалась разность потенциалов, которая снималась так же при температуре 800 °С в процессе охлаждения.



1 – Образец  $\text{LiNbO}_3$  между пластинок сапфира с намотанными струнами

2 – Профиль пластины сапфира с прорезанными направляющими

Рисунок 1 – Принципиальная схема рабочей ячейки

Был проведен ряд экспериментов, в ходе которых была проведена оптимизация конструкции, в том числе испробованы разные конструкции рабочей ячейки и способов закрепления элементов. Первоначально использовались струнные нихромовые электроды с сапфировыми направляющими. В качестве образцов использовались монокристаллы  $\text{LiNbO}_3$  конгруэнтного состава ориентации  $Z + 37^\circ$  разных размеров, толщиной 1,5 – 2 мм.

На рисунке 2 показан типичный вид бидоменной структуры, сформированной методом нагрева выше температуры Кюри в неоднородном электрическом поле с использованием струнных электродов. Расстояние между струнами 1,5 мм, число струн 11, диаметр струны 150 мкм, потенциал на рабочей ячейке «минус» 1кВ. Визуализация положительных и отрицательных доменов производится методом селективного травления, при этом скорость травления положительных доменов гораздо выше, чем у отрицательных [3]. Травление производится в кипящей смеси кислот  $\text{HF} : \text{HNO}_3$  в соотношении 1 : 2. Данный тип визуализации доменной структуры широко применяется и позволяет довольно точно оценить распределение доменов в кристалле.

Основными недостатками конструкции рабочей ячейки на основе струнных электродов являются: невозможность вторичного применения нихромовых электродов и как следствие отсутствие возможности отслеживания воспроизводимости при одинаковых исходных параметрах, т.к. в процессе проведения процесса переполяризации электроды практически всегда деградировали; вторым недостатком является недостаточная точность в изготовлении и позиционировании электродов.

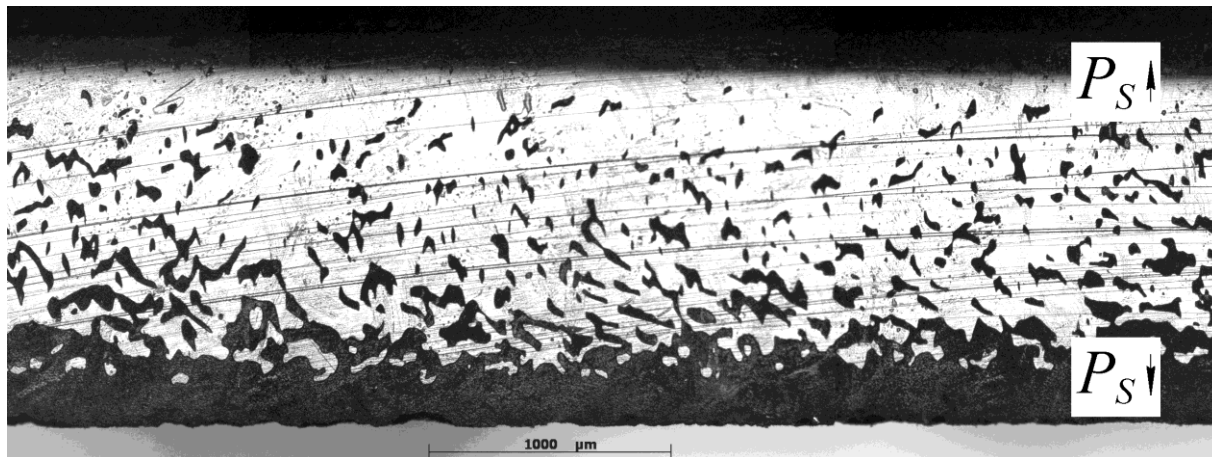


Рисунок 2 – Протравленный косой шлиф образца  $\text{LiNbO}_3$  с бидоменной структурой, сформированной с использованием струнных электродов

Следующим этапом работы стало применение в качестве электродов проводящей полосовой структуры на основе покрытия из палладиевой пасты, нанесенной на сапфировую пластину и прошедшего термообработку, созданной методом выжигания лазерным пучком. Это позволило значительно повысить точность как самой электродной структуры, так и ее монтажа.

На рисунке 3 показан типичный вид бидоменной структуры, сформированной методом нагрева выше температуры Кюри в неоднородном электрическом поле с использованием полосовых палладиевых электродов. Расстояние между полосами 0,85 мм, число полос 37, ширина полосы 0,21 мкм, потенциалы на рабочей ячейке «минус» 2,5 и «минус» 10 кВ.

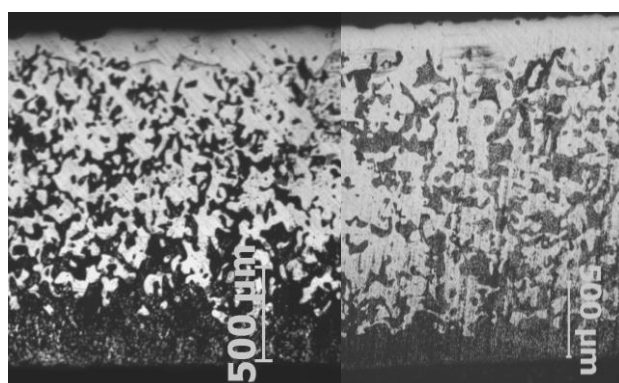


Рисунок 3 – Протравленные косые шлифы образцов  $\text{LiNbO}_3$  с бидоменной структурой, сформированной с использованием полосовых палладиевых электродов

Выше 2,5 кВ величина подаваемого напряжения слабо влияет на глубину залегания доменной границы, но ее четкость заметно возрастает. Глубина зале-

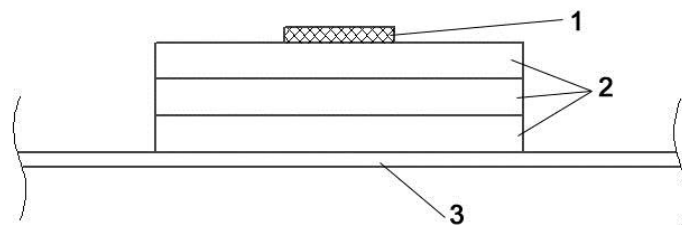
гания доменной границы составила порядка 120 – 150 мкм. Очевидно, относительно небольшое проникновение поля в объем образца связано с наличием значительной концентрации свободных носителей заряда при высокой температуре и, соответственно, его дебаевским экранированием.

Методом нагрева монокристалла выше температуры Кюри в неоднородном электрическом поле возможно получить бидоменную структуру, но лишь ограниченной глубины порядка 300 – 400 мкм. В случае пластины толщиной от 1 мм и выше неизбежно образование промежуточного полидоменного слоя.

Далее в работе рассматриваются методы формирования бидоменной структуры методом импульсного светового отжига. Метод импульсного светового отжига, в свою очередь, можно условно разделить на внутренний и внешний. Идея метода внутреннего нагрева состоит в том, что при помощи световых потоков разной интенсивности, направленных на противоположные поверхности пластины, создается градиент температуры, направленный в сторону среднего сечения по толщине пластины. При этом образцы ориентируют относительно световых потоков таким образом, чтобы световой поток большей интенсивности падал на положительную поверхность образца. Для создания высокого коэффициента поглощения в видимой и ближней ИК – области спектра монодоменные образцы  $\text{LiNbO}_3$  «зачерняют», подвергая высокотемпературной обработке в бескислородной среде, создавая полосу поглощения в видимой области спектра за счет формирования в кристалле кислородных вакансий (f-центров) [4]. Приводятся расчеты распределения теплового поля в образце для симметричного и несимметричного случая.

Основными преимуществами метода являются то, что форма доменной границы задается исключительно тепловым распределением в образце и не зависит от ориентации образца относительно рабочей ячейки, а также то, что в образце отсутствует полидоменная область, что существенно повышает величину деформации биморфа. Отжиг производился в атмосфере СВЧ азота при атмосферном давлении. Образец  $\text{LiNbO}_3$  помещался между двумя кремниевыми экранами, печь нагревалась до 900 °С за 45 мин, образец выдерживался 15 мин и охлаждался до комнатной температуры за 60 – 90 мин. После этого зачерненный образец помещался на стопу сапфировых пластин (рисунок 4) для создания

несимметричных световых и, как следствие, тепловых потоков в образце. Благодаря этому температуру Кюри переходит лишь часть образца, тем самым меняя направление вектора поляризации на противоположное, образуя при этом бидоменную структуру. Печь нагревалась до температур  $\sim 1160$  °С, выдерживалась 0,5 – 5 мин и охлаждалась до комнатной температуры.



1 – Образец «черного»  $\text{LiNbO}_3$ , 2 – Сапфировые пластины, 3 – Держатель.

Рисунок 4 – Схема ячейки для формирования бидоменной структуры

Практически все образцы, прошедшие обработку методом несимметричного нагрева с прохождением температуры Кюри в процессе эксперимента рассыпались на части. Фотографии протравленного образца  $\text{LiNbO}_3$  после формирования доменной структуры представлены на рисунке 5. Можно отметить тот факт, что образец раскалывается практически по сформировавшимся междоменным границам. Расчет силы, которая приводит к разрушению образца, показал, что для преодоления практического предела прочности средняя концентрация переполаризованных ячеек должна быть равна  $10^{13}$ - $10^{14}$   $\text{см}^{-2}$ , что примерно равно поверхностной концентрации атомов. Вследствие получаемых результатов от резкого перехода через температуру Кюри решено было отказаться, кристаллы медленно нагревались до температур  $T_C + 10 - 50$  °С с последующим медленным охлаждением до комнатных температур. При таких режимах образцы раскалывались в процессе термообработки, но на более мелкие части (рисунок 6). Проследить какую-то конкретную закономерность в образовании и форме доменных границ не удалось, кроме подтверждения того факта, что переполаризация части пластины данным методом теоретически осуществима и что форма доменной границы повторяет форму температурного фронта, образующегося в кристалле в процессе нагрева.

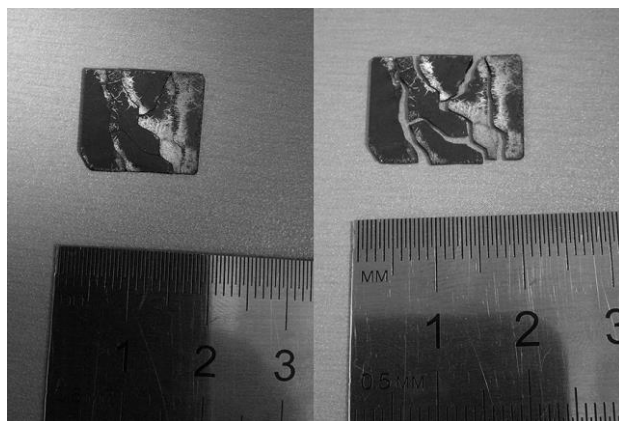


Рисунок 5 – Образец со сформированной доменной структурой

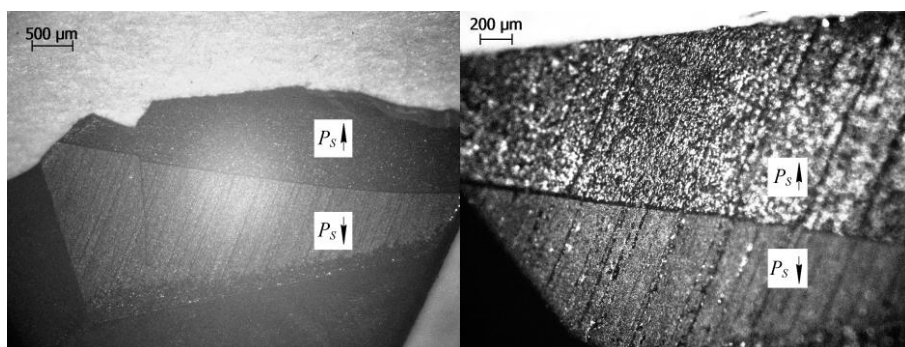
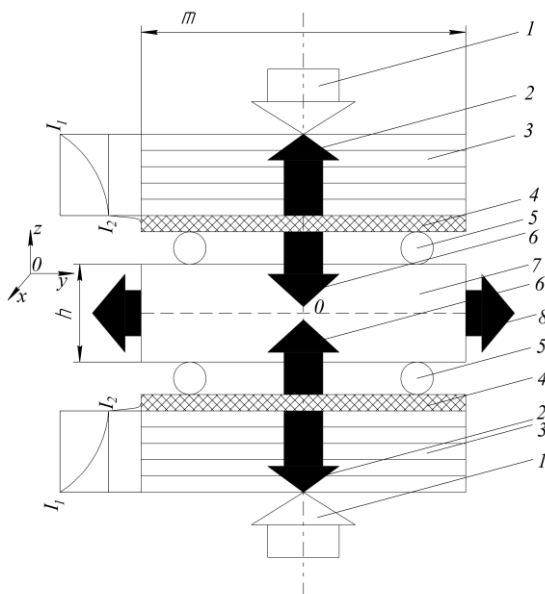


Рисунок 6 – Протравленные фрагменты образцов с доменной структурой, сформированной методом внутреннего нагрева

В дальнейшем метод внутреннего нагрева был заменен на метод внешнего нагрева. Отличие состояло в том, что образец не подвергался предварительной термообработке в бескислородной среде («зачернению») с последующим формированием бидоменной структуры, а в формировании бидоменной структуры в один цикл, путем создания противоположно направленных тепловых потоков в образце при световом нагреве рабочей ячейки. При этом в образце формируются градиенты температуры, направленные в центр образца, что является движущей силой переполяризации областей кристалла. Расчеты, проведенные для данного метода, показали, что в данном случае имеет место нагрев образца от двух плоскопараллельных источников тепла (экранов рабочей ячейки) с выходом тепла из торцевых граней образца (рисунок 7). В образце формируются два противоположно направленных потока тепла, примерно аналогичных распределению электрического поля в электротермическом методе.



1 – световые потоки, 2 – тепловые потоки, выходящие из системы, 3 – сапфировые пластины, 4 – кремниевые пластины, 5 – сапфировые спицы, 6 – тепловые потоки, направленные в сторону образца. 7 – образец  $\text{LiNbO}_3$ , 8 – тепловые потоки, выходящие из образца через боковые грани площадью.  $I_1, I_2$  – плотности световых потоков в сапфировых и кремниевых пластинах.

Рисунок 7 – Схема метода внешнего нагрева

Полученные данным методом образцы  $\text{LiNbO}_3$  имели плоскую междоменную границу, проходящую посередине образца (рисунок 8). Наблюдалась хорошая воспроизводимость результатов.

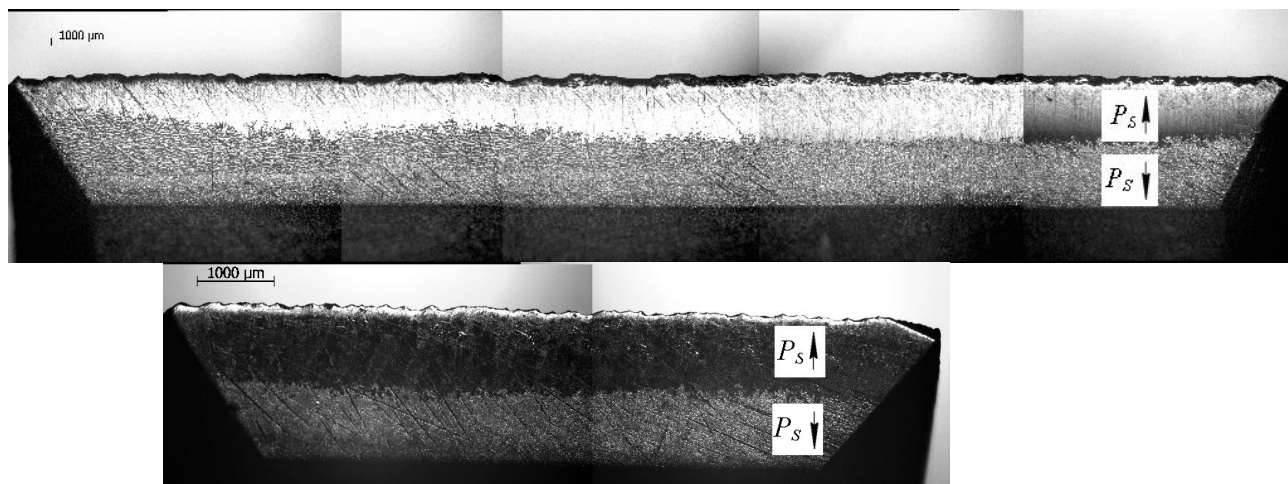


Рисунок 8 – Образцы со сформированной бидоменной структурой, полученные методом внешнего нагрева

Измерена «ширина» междоменной границы в образцах, полученных методом внешнего нагрева. Работа проводилась на зондовой нано лаборатории



ИНТЕГРА НТ МДТ в контактном режиме при приложении к кантилеверу переменного напряжения  $U_{AC} = 10$  В частотой  $f = 150$  кГц. Для исследования топографии поверхности и визуализации доменной структуры использовались кремниевые кантилеверы NSG10/Pt (НТ МДТ, Россия) с платиновым проводящим покрытием. Распределение латеральной составляющей компоненты пьезоотклика представлено на рисунке 9. Размер изображения  $100 \times 700$  мкм<sup>2</sup>, ширина доменной стенки составила  $\sim 80 - 100$  мкм.



Рисунок 9 – Латеральная составляющая компоненты пьезоотклика.

Были изготовлены элементы деформации на основе полученных бидоменных структур (рисунок 10). В качестве исходных материалов взяты образцы  $\text{LiNbO}_3$  ориентации  $Z + 37^\circ$  со сформированной бидоменной структурой, электроды формировались путем магнетронного напыления Au и Cu. (Откачка камеры до  $3 \cdot 10^{-5}$  торр., рабочее давление  $5 \cdot 10^{-3}$  торр., атмосфера СВЧ Ar, магнетрон постоянного тока, ток 50 мА, время напыления 80 с (Au), 80 мА 600 с (Cu)). Толщина покрытия при данных параметрах составляет порядка 100 нм (Au) и 500 нм (Cu).



Рисунок 10 – Элементы деформации на основе монокристаллических бидоменных структур

Деформация бидоменного элемента оценивалась по схеме консольного изгиба. Величина деформации измерялась при помощи оптического и атомно-силового микроскопов. Измерения на оптическом микроскопе производились с шагом 50 В, на АСМ с шагом 10 В. Типичные графики зависимости «напряжение – деформация» бидоменных элементов представлены на рисунке 11, зависимость имеет четко выраженный линейный характер. Электромеханический гистерезис и ползучесть не выявлены.

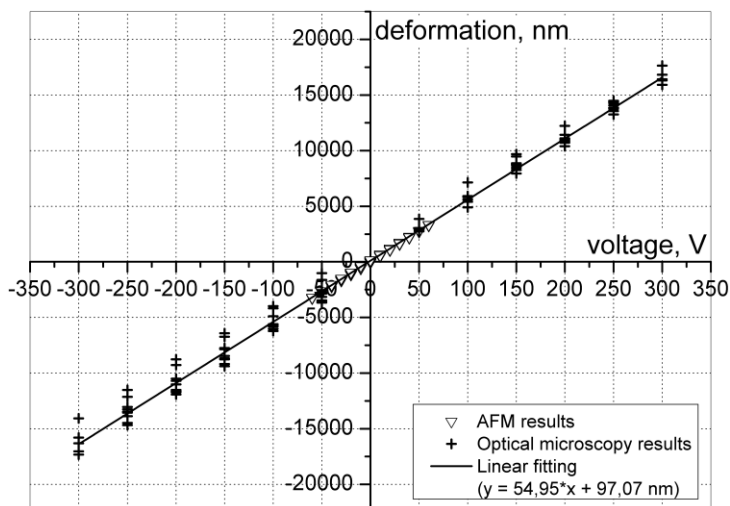


Рисунок 11 – Обобщенные данные исследования деформации бидоменной структуры при помощи АСМ и оптической микроскопии,  $\text{LiNbO}_3$  ( $Z + 37^\circ$ )

Для изучения усталостной прочности испытываемый образец подвергался воздействию синусоидального и прямоугольного двухполярных сигналов амплитудой 400 В, частотой 0,1, 0,4, 1 и 4 кГц. После испытания на каждой из указанных частот производилось контрольное измерение величины деформации образца при помощи оптического микроскопа. В общей сложности, после  $10^7$  рабочих циклов вид зависимости деформации от поданного на образец напряжения в диапазоне  $\pm 300$  В не изменился, электромеханический гистерезис в прошедших испытания образцах не выявлен.

## Основные результаты и выводы:

1. Разработаны способы и модели процессов формирования бидоменных структур в пластинах монокристаллов  $\text{LiNbO}_3$  высокотемпературным отжигом в неоднородном электрическом поле и под действием тепловых и световых потоков. Произведена оценка влияния технологических факторов (величина потенциала, размер электродов, неточность ориентировки кристалла, горизонтальное смещение и непараллельность электродов) на положение и форму доменной границы.
2. Методом отжига в неоднородном электрическом поле при напряжении на рабочей ячейке до 10 кВ в монокристаллических образцах  $\text{LiNbO}_3$  ориентации  $Z$  и  $Z + 37^\circ$ , размерами  $50 \times 30 \times 1,5$  мм сформирована плоскопараллельная бидоменная структура с двумя равными по объему и противоположными по знаку доменами глубиной до 200 мкм с разделяющей их полидоменной областью.
3. Методом внешнего нагрева в монокристаллических образцах  $\text{LiNbO}_3$  ориентации  $Z$  и  $Z + 37^\circ$ , размерами  $60 \times 15 \times 1,5$  мм сформирована плоскопараллельная бидоменная структура с двумя равными по объему и противоположными по знаку доменами с разделяющей их междоменной границей, проходящей посередине образца.
4. Проведено исследование ширины и глубины залегания доменной границы методами оптической микроскопии, СЗМ в режиме пьезоотклика и акустической микроскопии. Ширина доменной границы в биморфах, сформированных методом стационарного внешнего нагрева, составила 70 – 120 мкм, доменная граница проходила посередине, домены имели равный объем.
5. Амплитуда деформации консольного изгиба биморфа, изготовленного методом стационарного внешнего нагрева, размерами  $60 \times 15 \times 1,5$  составила 16 мкм при напряжении  $\pm 300$  В. Коэффициент электромеханической передачи  $70 \cdot 10^{-3}$  мкм/В. После  $10^7$  циклов деформации на частотах 0,1, 0,4, 1 и 4 кГц при подаче напряжения амплитудой 400 В изменения характеристик элемента деформации выявлено не было.

## **Список цитируемой литературы:**

1. Nassau K. Ferroelectric lithium niobate. 2. Preparation of single domain crystals / Nassau K., Levinstein H.J., Lolpcono G.M. // J. Phys. Chem. Solids. – 1966. – V. 27. – P. 989-996.
2. Volk T. Lithium niobate. Defects, photorefraction and ferroelectric switching / Volk T., Wöhlecke M. // Springer Series in Materials Science – 2008. – №. 115.
3. Nassau K. Ferroelectric lithium niobate. 1. Growth, domain structure, dislocations and etching / Nassau K., Levinstein H.J., Loiacono G.M. // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 1966. – V. 27. – №. 6-7 – P. 983-988.
4. Sweeney K.L. Oxygen vacancies in lithium niobate / Sweeney K.L., Halliburton L.E. // Applied Physics Letters. – 1983. – V. 43. – №. 4. – P. 336-338.

## **Основные результаты диссертации опубликованы в работах:**

*Публикации в журналах, рекомендованных перечнем ВАК РФ*

1. Formation of bidomain structure in lithium niobate single crystals by electrothermal method / Antipov V.V., Bykov A.S., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N. // Ferroelectrics. – 2008. – V. 374. – №. 1. – P. 65–72.
2. Формирование бидоменной структуры в пластинах монокристалла ниобата лития электротермическим методом / Антипов В.В., Быков А.С., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н. // Материалы электронной техники. – 2008. – №. 3. – С. 18-22.
3. Формирование бидоменной структуры в пластинах монокристалла ниобата лития методом импульсного светового отжига / Антипов В.В., Быков А.С., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н. // Материалы электронной техники. – 2009. – №. 3. – С. 23-26.
4. Study of LiNbO<sub>3</sub> single crystals with a regular domain structure by piezoresponse force microscopy / Kiselev D.A., Bykov A.S., Zhukov R.N., Antipov V.V. и др. // Crystallography Reports. – 2012, – V. 57. – №. 6. – P. 781–784.
5. Исследование ориентационной зависимости латерального пьезоотклика в Y-срезе периодически поляризованных монокристаллов ниобата лития / Антипов В.В., Быков А.С., Киселев Д.А., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н. // Материалы электронной техники – 2012. – №. 3. – С. 22–25.

6. Формирование бидоменной структуры в пластинах монокристаллических сегнетоэлектриков стационарным распределением температурных полей / Быков А.С., Григорян С.Г., Жуков Р.Н., Киселев Д.А., и др. // Материалы электронной техники. – 2013. – №. 1. – С. 11-17.
7. Формирование бидоменной структуры в пластинах монокристаллов ниобата лития методом стационарного внешнего нагрева / Быков А.С., Григорян С.Г., Жуков Р.Н., Киселев Д.А. и др. // Материалы электронной техники. – 2013. – №. 3. (в печати)

#### *Свидетельства Ноу Хау*

1. Способ поляризации сегнетоэлектрического материала неоднородным тепловым полем / Малинкович М.Д., Антипов В.В., Быков А.С., Пархоменко Ю.Н. // №292-339-2008 ОИС от 8 октября 2008 г.
2. Способ формирования двухдоменных структур в сегнетоэлектрических монокристаллах в неоднородном электрическом поле для систем точного перемещения и позиционирования в микро- и нано-диапазонах / Малинкович М.Д., Антипов В.В., Быков А.С., Пархоменко Ю.Н. // №293-339-2008 ОИС от 8 октября 2008 г.
3. Создание прецизионного безгистерезисного актюатора микро- и нанодиапазона перемещения / Малинкович М.Д., Быков А.С., Жуков Р.Н., Киселев Д.А. и др. // №51-339-2013 ОИС от 16 августа 2013 г.

#### *Патенты*

1. Способ формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов (Заявка № 2011149970/05(075008)) Малинкович М.Д., Антипов В.В., Быков А.С.
2. Способ формирования бидоменной структуры в пластинах монокристаллов (13.11.2012, входящий номер 077297, регистрационный номер 2012148154) Малинкович М.Д., Антипов В.В., Быков А.С., Жуков Р.Н., Кубасов И.В., Пархоменко Ю.Н.