

# Микродоменная инженерия в волноводных и слоистых структурах на основе сегнетоэлектриков для применений в элементах фотоники (Миниобзор)

Т. Р. Волк<sup>+</sup>, Я. В. Боднарчук<sup>+1)</sup>, Р. В. Гайнутдинов<sup>+</sup>, Л. С. Коханчик\*, С. М. Шандаров<sup>×</sup>

<sup>+</sup>Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова Федеральный научно-исследовательский центр “Кристаллография и фотоника” РАН, 119333 Москва, Россия

\*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432 Черноголовка, Россия

<sup>×</sup>Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 634050 Томск, Россия

Поступила в редакцию 22 апреля 2021 г.

После переработки 29 апреля 2021 г.

Принята к публикации 30 апреля 2021 г.

Представлен обзор результатов исследований сегнетоэлектрических нано- и микродоменных структур, сформированных в оптических волноводах на  $\text{LiNbO}_3$ . В волноводном сэндвиче LNOI ( $\text{LiNbO}_3$ -on-insulator) полярной ( $Z$ ) ориентации полем зонда AFM записаны нанодоменные структуры заданной конфигурации и исследованы их свойства. На доменных стенках обнаружена статическая проводимость  $\sigma_{\text{DW}}$ . Ее оценка выполнена с помощью оригинального метода, основанного на характеристиках AFM записи доменов. Найденная величина  $\sigma_{\text{DW}} \approx 8 \cdot 10^{-4} (\text{Ом} \cdot \text{см})^{-1}$  не менее, чем на 12 порядков, превышает объемную проводимость  $\text{LiNbO}_3$ . В планарных оптических волноводах  $\text{He}:\text{LiNbO}_3$  и  $\text{Ti}:\text{LiNbO}_3$ , сформированных на неполярных ( $X$  и  $Y$ ) поверхностях кристалла электронно-лучевым методом, записаны микродоменные решетки с заданными периодами. Исследования нелинейно-оптического преобразования излучения в записанных структурах показали, что оптимальные характеристики волноводного преобразования во вторую гармонику достигаются при соответствии глубины записанных доменов  $T_d$  толщине волноводного слоя. Величина  $T_d$  задается ускоряющим напряжением ( $U$ ) SEM.

DOI: 10.31857/S1234567821120053

**Введение.** Сегнетоэлектрические доменные структуры лежат в основе ряда практических применений. В настоящее время можно выделить два основных направления работ в этой области: исследования эффекта проводимости доменных стенок (*domain-wall conductivity* – DWC) и исследования нелинейного преобразования оптического излучения на доменной структуре в режиме фазового квазисинхронизма (QPM).

Эффект повышения проводимости на сегнетоэлектрической доменной стенке, предсказанный в 1973 г. [1], был подтвержден экспериментально сравнительно недавно [2]. Потенциальные практические возможности этого эффекта и необходимость переосмысления некоторых базовых положений физики сегнетоэлектричества стимулировали резкий рост исследований, нашедший отражение в нескольких обзорах [3–6]. Проводимость доменной стенки обусловлена ее наклоном относительно полярной оси

и, как следствие, возникновением на стенке заряда экранирования с плотностью  $\sigma_{\text{DW}} = 2P_s \sin \theta$  (где  $P_s$  – спонтанная поляризация,  $\theta$  – угол наклона стенки). Для количественной иллюстрации этого эффекта можно упомянуть, что экспериментально заданный угол  $\theta = 1^\circ$  в кристалле  $\text{LiNbO}_3$  обеспечил величину  $\sigma_{\text{DW}} \approx 0.02 (\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1})$  [7], которая не менее, чем на 12 порядков, превышает проводимость кристалла. Заметим, что даже в случае  $\theta = 0^\circ$  локальные несовершенства реальной доменной стенки могут привести к появлению заметной DWC [8]. Сочетание высокой проводимости доменной стенки с фундаментальным свойством – контролируемым пространственным смещением под действием приложенного поля – позволяет рассматривать ее в качестве электрически управляемого проводящего наноразмерного слоя (“нанопровода”). В этом контексте была сформулирована концепция “нанoeлектроники на доменных стенках” (“DW nanoelectronics” [4]).

Принцип преобразования частоты оптического излучения в режиме QPM на сегнетоэлектрической

<sup>1)</sup>e-mail: deuten@mail.ru

доменной структуре основан на зависимости знака нелинейного коэффициента  $d_{ijk}$  от направления спонтанной поляризации  $P_s$ . Для реализации нелинейного преобразования во вторую гармонику (SH) период  $\Lambda$  модуляции  $180^\circ$ -доменной структуры должен отвечать условию [9]

$$\Lambda = m(2l_c) = \frac{m\lambda}{[2(n_{2\omega} - n_\omega)]}, \quad (1)$$

где  $l_c$  – длина когерентности,  $\lambda$  – длина волны фундаментального излучения,  $n_\omega$  и  $n_{2\omega}$  – показатели преломления фундаментальной и SH волн соответственно,  $m = 1, 3, \dots$ . Квазисинхронное нелинейное преобразование обладает рядом преимуществ по отношению к режиму фазового синхронизма, прежде всего отсутствием принципиальных ограничений на спектральную область преобразуемого излучения. В кристалле LiNbO<sub>3</sub> для QPM преобразования излучения в SH в практически интересном диапазоне ближнего ИР требуется  $\Lambda$  порядка 3 мкм.

Таким образом, сегнетоэлектрические нано- и микродоменные структуры востребованы задачами фотоники. Структуры такого масштаба могут быть изготовлены методами атомно-силовой микроскопии (AFM) и электронно-лучевой (ЕВ) литографии. В связи с прогрессом интегральной оптики актуальной задачей становится создание этих структур в оптических волноводных слоях. Для нелинейного преобразования излучения в оптических схемах на основе LiNbO<sub>3</sub>, использующих волноводные моды с максимальной компонентой светового поля, параллельной поверхности подложки, предпочтительными являются неполярные ( $X$ - и  $Y$ -) поверхности кристалла. Следует отметить, что впервые переполяризация сегнетоэлектрика под действием электрического поля, приложенного к неполярной поверхности кристалла, была продемонстрирована в [10]. Тот же результат достигается при приложении поля зонда AFM к неполярной поверхности [11].

Подавляющее большинство работ по исследованию AFM и ЕВ записи доменов, QPM преобразованию излучения и проводимости доменных стенок выполнено в LiNbO<sub>3</sub>, который является одним из базовых материалов нелинейной и интегральной оптики. Доменные структуры, изготовленные в LiNbO<sub>3</sub> различными методами, устойчивы в реальном времени, что привлекательно для практических целей и экспериментальных исследований.

Статья состоит из двух частей, иллюстрированных рис. 1а и б.

В первой части статьи обсуждается запись доменов полем зонда AFM в волноводном сэндвиче

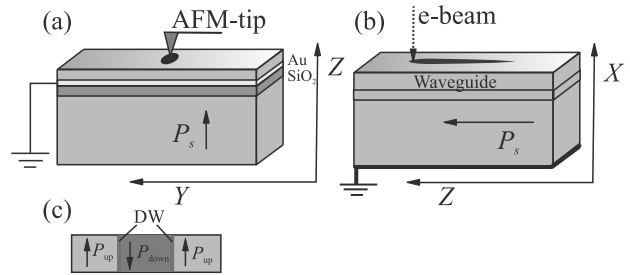


Рис. 1. (Цветной онлайн) Схемы записи доменов полем зонда AFM в волноводе LNOI на полярной ( $+Z$ ) поверхности LiNbO<sub>3</sub> (а), и электронным лучом в оптическом планарном волноводе на неполярной ( $X, Y$ ) поверхности (б); (с) – схема домена, записанного зондом AFM, в проекции на неполярную поверхность;  $P_{up}$  и  $P_{down}$  – исходное и обращенное направление  $P_s$ ; вертикальные полосы – доменные стенки

LNOI (LiNbO<sub>3</sub>-on-insulator) [12–15]. LNOI, схематически изображенный на рис. 1а, скомпонован из двух монокристаллических пластин LiNbO<sub>3</sub>  $Z$ -среза различной толщины, разделенных слоями SiO<sub>2</sub> и металла; волноводный эффект в верхней (тонкой) пластине достигается благодаря соотношению  $n_{SO} < n_{LN}$  (где  $n_{SO}$  и  $n_{LN}$  – показатели преломления SiO<sub>2</sub> и LiNbO<sub>3</sub> соответственно). AFM запись доменов производится приложением напряжения  $U_{tip}$  между поверхностью (001) и слоем металла. Домен, зародившийся в точке контакта зонда с поверхностью, аксиально растет вдоль оси  $Z$ .

Во второй части обсуждается ЕВ запись доменов в оптических волноводах He:LiNbO<sub>3</sub> и Ti:LiNbO<sub>3</sub>, сформированных на неполярных ( $X$ - и  $Y$ -) поверхностях кристалла LiNbO<sub>3</sub> [16–20]. При электронном облучении неполярной поверхности (рис. 1б) домен, зародившийся в точке облучения, растет планарно в тонком слое вдоль оси  $Z$ . Движущей силой является тангенциальная составляющая  $E_Z$  поля пространственного заряда  $E_{sc}$ , индуцированного ЕВ в точке облучения; толщина слоя определяется ускоряющим напряжением  $U$ . При пошаговом перемещении луча вдоль оси  $Z$  продольные домены, зародившиеся в соседних точках облучения, коалесцируют, образуя непрерывный протяженный домен. При двумерном пошаговом перемещении луча вдоль осей  $Z$  и  $X$  ( $Y$ ) записывается 2D доменная решетка с периодом  $\Lambda$ , заданным расстоянием между точками облучения в направлении, нормальном оси  $Z$ .

При AFM и ЕВ записи преобладает фронтальный рост доменов вдоль полярной оси, характерный для переполяризации под действием высоких полей [21]. Об этом свидетельствуют малый угол наклона до-

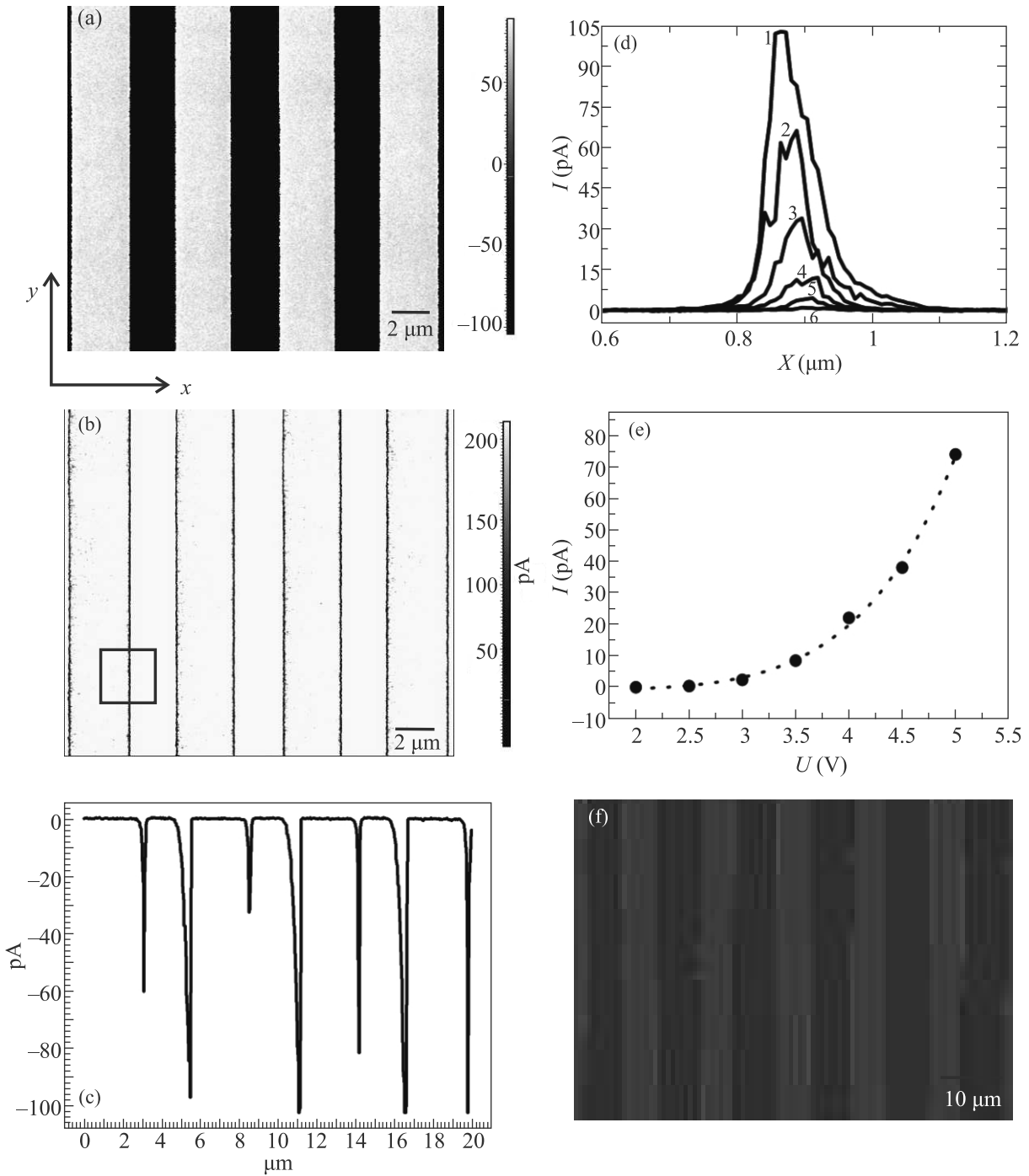


Рис. 2. (Цветной онлайн) Доменная решетка, записанная в LNOI методом растровой литографии; спонтанная поляризация  $P_s$  нормальна плоскости рисунка. (a), (b) – Фазовое и амплитудное PFM изображения решетки; темные и светлые полосы на рис. (a) –  $180^\circ$  домены, нормальные плоскости рисунка; темные линии на рис. (b) – границы доменов; квадратом выделена область измерений тока методом C-AFM; (c) – C-AFM карта записанной решетки;  $I_{\max}$  соответствуют доменным границам; (d) – профили сечения сигнала тока в области, выделенной квадратом на рис. (b), в интервале  $U_{\text{tip}} = (2.5-5)$  В, где цифрам от 1–6 соответствует 5.0; 4.5; 4.0; 3.5; 3.0; 2.5 В соответственно; (e) – зависимость  $I_{\text{peak}}(U_{\text{tip}})$ , пунктирной линией показана аппроксимация, где  $I_{\text{peak}}$  – амплитудные значения токов на рис. (d); (f) – изображение решетки, полученное методом SHG на отражение (темные полосы – записанные домены)

менных стенок относительно оси  $Z$  и иглообразная форма доменов.

Заключая это краткое введение, заметим, что обсуждение процессов формирования доменов при AFM и EB записи в рамках классической модели переполяризации [21] невозможно по ряду причин, в первую очередь из-за неоднозначного подхода к оценке величины поля под зондом AFM и поля  $E_{sc}$ , индуцированного в области электронного облучения. Поэтому обсуждение происходящих процессов носит преимущественно качественный характер. Тем не менее, в обоих случаях были выявлены определенные закономерности формирования доменов, позволяющие записать структуры с заданными характеристиками.

#### Образцы и экспериментальные методики.

В этом разделе кратко описаны образцы и используемые AFM и EB режимы записи доменных структур; детали приведены в соответствующих разделах.

Запись доменов полем зонда AFM в волноводном сэндвиче LNOI схематически представлена на рис. 1а. В исследуемых образцах толщина волноводного слоя  $\text{LiNbO}_3$  300, 500 и 700 нм; толщина  $\text{SiO}_2$  1.4 мкм; толщина Cr/Au пленки между  $\text{SiO}_2$  и  $\text{LiNbO}_3$ , используемой в качестве электрода, 100 нм; общий размер образцов  $X \times Y \times Z = 10 \times 9 \times 0.5 \text{ мм}^3$ . Домены и доменные структуры записывались методами векторной литографии и растровой литографии с графическим шаблоном путем приложения напряжения  $U_{\text{tip}}$  между проводящим зондом, находящимся в контакте с полярной (+ $Z$ ) поверхностью, и пленкой металла. Записанные структуры исследовались методом микроскопии пьезоотклика (PFM); проводимость доменных стенок измерялась в режиме проводящей AFM (C-AFM) (детали методик можно найти в [22]). Эксперименты выполнены с использованием зондовой лаборатории Ntegra Prima с расширенным диапазоном постоянного напряжения.

EB запись доменов исследовалась в планарных оптических волноводах  $\text{He}:\text{LiNbO}_3$ , изготовленных имплантацией  $\text{He}^+$  на подложках  $\text{LiNbO}_3$   $X$ -среза, и волноводах  $\text{Ti}:\text{LiNbO}_3$ , изготовленных методом высокотемпературной диффузии  $\text{Ti}$  на подложках  $\text{LiNbO}_3$   $Y$ -среза. Детали метода EB записи доменов на неполярной поверхности сегнетоэлектриков, впервые реализованного в [23], можно найти в основных публикациях по этой проблеме [24–29]. В  $\text{He}:\text{LiNbO}_3$  и  $\text{Ti}:\text{LiNbO}_3$  были записаны доменные решетки с периодами  $\Lambda = 4$  и 6.5 мкм соответственно. Запись выполнена в интервале ускоряющих напряжений  $U = 5\text{--}25$  кВ при токе  $e$ -луча  $I = 0.1$  нА. Эксперименты проводились в растровом электрон-

ном микроскопе JSM-840A со встроенной программой NanoMaker, обеспечивающей двумерное сканирование поверхности кристалла электронным лучом согласно заданному шаблону и контроль дозы облучения. Для исследования записанных структур использовался комплекс методик: химическое травление, метод микроскопии пьезоотклика (PFM), микроскопия SHG на пропускание [30] с использованием Nd-YLF лазера ( $\lambda = 1053$  нм, 10 нс), конфокальная микроскопия SHG на отражение [19] с использованием Ti-sapphire лазера ( $\lambda = 800$  нм, 100 фс). В режиме на пропускание решетки визуализировались по методике [16]. Для исследования волноводной SHG использовалось возбуждение мод  $\text{TE}_0$  и  $\text{TE}_1$  на  $\lambda_1 = 1053$  нм. Эффект SHG фиксировался по наличию после исследуемой доменной структуры волноводного пучка на  $\lambda_2 = 526.5$  нм. Для оценки эффективности волноводной SHG и влияния на нее направления распространения пучка накачки на моде  $\text{TE}_0$  световое распределение на выходном торце волновода проецировалось на светочувствительную площадку калиброванного фотоприемного устройства, позволяющего измерять пиковую мощность для излучения накачки и SH. Угол между осью  $X$  кристалла и направлением распространения пучка накачки в плоскости волноводного слоя  $XZ$  задавался соответствующим поворотом призмы ввода и принимал значения  $\beta = 0^\circ$  и  $7^\circ 50'$ .

#### AFM запись доменов в LNOI и оценка DWC из характеристик записанных структур.

Волноводный сэндвич LNOI, схематически представленный на рис. 1а, перспективен для ряда применений [3–6]. Помимо этого, пленки  $\text{LiNbO}_3$ , формирующие LNOI (ниже “пленки LN”), являются удобным объектом для исследования переключения, петель гистерезиса и родственных сегнетоэлектрических эффектов. Хотя  $\text{LiNbO}_3$  является базовым материалом нелинейной оптики, процессы переполяризации, лежащие в основе QPM преобразования частоты излучения, изучены недостаточно из-за исключительно высоких коэрцитивных полей ( $E_c = 220$  и 60 кВ/см в  $\text{LiNbO}_3$  конгруэнтного и стехиометрического составов соответственно). Измерения пьезоэлектрических петель гистерезиса  $H_w - U_{\text{tip}}$  (где  $H_w$  – сигнал электромеханического отклика, определяемый спонтанной поляризацией  $P_s$ ) в пленках LN [12] впервые для  $\text{LiNbO}_3$  обнаружили характерное для сегнетоэлектриков увеличение  $E_c$  при уменьшении длительности импульса  $t_p$  и увеличении скважности импульсов в интервале  $t_p = (1\text{--}1000)$  мс.

Остановимся подробно на процессах AFM записи доменов в пленках LN [12–15]. Определяющей целью

этих работ было исследование закономерностей формирования доменных структур для реализации QPM преобразования частоты в LNOI. Следует упомянуть исключительную “податливость” пленок LN к AFM записи доменов, позволяющую записать как одиночные наноразмерные домены, так и 2D структуры произвольной конфигурации. Исследования AFM записи доменов в пленках LN легли в основу описанного ниже оригинального метода оценки DWC [15].

Доменные структуры записывались методами растровой (рис. 2а–f) и векторной (рис. 3) литографии. Рисунок 2 иллюстрирует результаты PFM и C-AFM картирования 2D доменной структуры (“решетки”), записанной в LNOI полем зонда AFM. Решетка с периодом  $\Lambda = 3.6$  мкм была записана  $U_{\text{tip}} = 50$  В. На рисунках 2а, b представлены ее фазовое и амплитудное PFM изображения;  $P_s$  нормальна плоскости рисунка. На фазовом изображении (рис. 2а) светлые и темные полосы –  $180^\circ$  домены; светлые полосы соответствуют исходному направлению  $P_s$ ; на амплитудном изображении (рис. 2b) темные линии – доменные границы.

На рисунке 2с показана C-AFM карта решетки, полученная при  $U_{\text{tip}} = 5$  В. На доменных границах наблюдаются токи  $I_{\text{peak}}$ ; вне доменных границ сигнал находится за пределами чувствительности аппаратуры (0.01 пА). В исходной матрице LiNbO<sub>3</sub>, в записанных доменах и на доменных границах были измерены петли гистерезиса  $H_w - U_{\text{tip}}$ . Их характеристики практически идентичны, что позволяет пренебречь возможным вкладом токов смещения в  $I_{\text{peak}}$  и однозначно связать  $I_{\text{peak}}$  с DWC. Токи  $I_{\text{peak}} \approx \text{const}$  в реальном времени благодаря устойчивости лежащей в их основе доменной структуры (асимметрия и размытие  $I_{\text{peak}}$  на рис. 2с и d – артефакты, зависящие от направления и скорости перемещения зонда).

В области доменной границы, выделенной квадратом на рис. 2b, были измерены зависимости тока  $I_{\text{peak}}(U_{\text{tip}})$  путем сканирования зонда вдоль оси  $X$ ; на рис. 2d показаны полученные профили сечения  $I(X)$  в интервале  $U_{\text{tip}} = (2.5-5)$  В. Построенная вольт-амперная характеристика  $I_{\text{peak}}(U_{\text{tip}})$  (где  $I_{\text{peak}}$  – максимумы токов на рис. 2d) показана на рис. 2е; она аппроксимируется функцией

$$I_{\text{peak}} \sim U_{\text{tip}}^n \quad (n = 6). \quad (2)$$

Подобные зависимости  $I_{\text{peak}}$  от  $U_{\text{tip}}$  на доменных границах отмечались в других сегнетоэлектриках, например, PZT [31].

Итак, токи  $I_{\text{peak}} \approx 10-100$  пА на доменных границах (рис. 2с–е) обусловлены DWC. Расчет удельной проводимости доменной стенки  $\sigma_{\text{DW}}$  на осно-

вании степенной зависимости (2) не представляется возможным. Сделаем очень грубую оценку  $\sigma_{\text{DW}}$  из величины  $I_{\text{peak}}$  в предположении цилиндрического острого зонда и однородного аксиального распределения  $U_{\text{tip}}$  по толщине пленки.

Тогда  $\sigma_{\text{DW}} = \frac{LI_{\text{peak}}}{(\pi R^2)U_{\text{tip}}}$ , где  $R$  – радиус зонда;  $L$  – толщина пленки. Для  $U_{\text{tip}} = 5$  В,  $I_{\text{peak}} \approx 80$  пА (рис. 2с);  $L = 300$  нм,  $R = 20$  нм; отсюда получаем  $\sigma_{\text{DW}} \approx 10^{-5}$  Ом<sup>-1</sup> см<sup>-1</sup>. Таким образом, даже в таком грубом приближении  $\sigma_{\text{DW}}$  на много порядков превышает проводимость кристалла LiNbO<sub>3</sub>  $\sigma \approx 10^{-15}-10^{-16}$  Ом<sup>-1</sup> см<sup>-1</sup>.

Далее исследовались характеристики записи доменов методом векторной литографии (рис. 3). При данных  $U_{\text{tip}} = \text{const}$ ,  $t_p = \text{const}$  путем пошагового перемещения зонда AFM вдоль оси  $X$  записывались ряды доменов; в каждом ряду расстояние между точками записи  $\Lambda = \text{const}$ . На рисунке 3 представлены PFM изображения доменных рядов, записанных  $U_{\text{tip}} = 50$  В;  $\Lambda = 500, 400, 300, 200$  и  $100$  нм (снизу вверх). Причина различий PFM изображений на рис. 3а и рис. 3d–f обсуждается ниже.

Рассмотрим результаты, представленные на рис. 3а. Все записанные структуры стабильны. На вставке показаны полученные линейные зависимости диаметра доменов  $d(U_{\text{tip}})$  при  $t_p = \text{const}$ . Особенностью записанных структур является коалесценция доменов при уменьшении расстояния  $l$  между доменными границами (верхние ряды на рис. 3а). PFM сканирование образовавшихся сплошных доменов не обнаруживает аномалий сигнала  $H_w$  в области “исчезнувших” доменных границ; амплитуда  $H_w$  пространственно однородна. Величина  $H_w$  в дискретных и сплошных структурах идентична (при равных  $U_{\text{tip}}$  и  $t_p$ ). Подчеркнем, что коалесценция доменов определяется только расстоянием  $l$  и наблюдается при  $l < 20-30$  нм независимо от размера домена (т.е. от  $U_{\text{tip}}$  и  $t_p$ ).

Эти результаты отличались от результатов сходных экспериментов [32, 33, 35], выполненных в пленках и тонких слоях LiNbO<sub>3</sub>. В [32] при AFM записи доменов наблюдалось уменьшение диаметра доменов при уменьшении расстояния между точками записи; в [33] отмечалась нестабильность записанных доменов при сближении доменных границ; в [34] при AFM записи возникали нестабильные хаотические структуры. Коалесценция доменов не наблюдалась.

Доменные стенки представляют собой слои пространственного заряда [3–6]. С этих позиций нерегулярность и нестабильность доменных структур, наблюдаемые в [32–34], можно было объяснить электростатическим отталкиванием близко расположен-

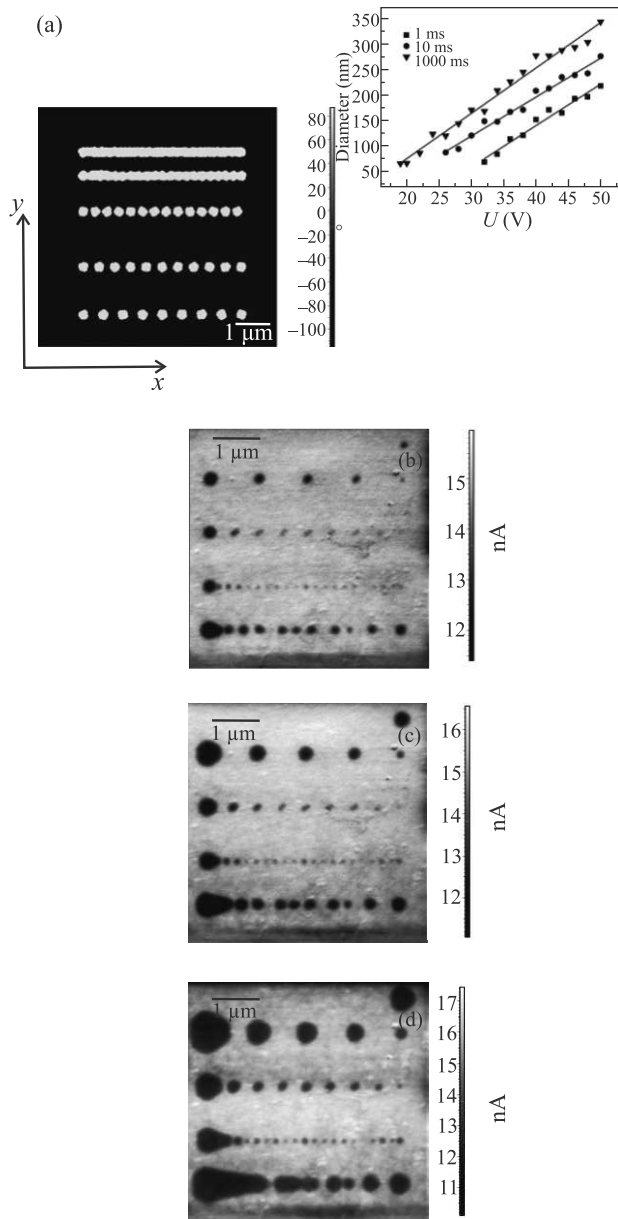


Рис. 3. (Цветной онлайн) PFM изображения доменных рядов, записанных пошаговым смещением зонда AFM; расстояния между точками записи  $\Lambda = 500, 400, 300, 200$  и  $100$  нм (снизу вверх); (a) – после записи с заземленным металлическим слоем; (b)–(d) – результаты записи при отъединении металлического слоя от земли; изображения получены через 6, 12 и 24 мин после записи.  $U_{\text{tip}} = 50$  В (линейные зависимости  $D(U_{\text{tip}})$ , показанные на вставке рис. 3а, получены при заземленном контакте

ных доменных границ. Для подтверждения этого объяснения была проведена AFM запись доменных рядов по предыдущей схеме (рис. 3а), но без заземления металлического слоя. Результаты (рис. 3d–f)

радикально отличались от картины рис. 3а. Величины  $t_p$ , необходимые для записи доменов с диаметром, сопоставимыми с  $d$  на рис. 3а, увеличились не менее, чем на порядок; PFM сканирование после записи обнаружило неустойчивые структуры (рис. 3b–d), стабилизирующиеся в течение 20–30 мин. Величина  $d$  в каждом доменном ряду уменьшалась от “начальной” точки записи до “конечной” точки (справа налево на рис. 3b–d); коалесценция доменов не наблюдалась. При записи доменов методом векторной литографии с незаземленным контактом доменные решетки были полностью нестабильны. Таким образом, было подтверждено качественное предположение о том, что наблюдаемая в [32–34] нерегулярность доменных структур и уменьшение  $d$  при сближении доменных границ связаны с нарушением (или отсутствием) заземления доменных стенок. Этот вывод о влиянии условий заземления доменных стенок на формирование доменов лег в основу обсуждаемого ниже подхода к оценке DWC.

Дальнейшее рассуждение иллюстрировано рис. 4. Рассмотрим ряд доменов с диаметром  $d$  (рис. 4а), записанных полем зонда AFM. Доменные стенки представляют собой систему “нанопроводов” с общим сопротивлением  $R_{\text{DW}} \ll R_{\text{crys}}$ , встроенных в непроводящую матрицу  $\text{LiNbO}_3$  (где  $R_{\text{crys}}$  – сопротивление кристалла). “Нанопровода” замкнуты на металлический слой; между металлом и землей введено сопротивление  $R_L$ .

Предельные случаи – заземление  $R_{\text{DW}}$  и разомкнутый контакт – соответствуют  $R_L = 0$  и  $R_L = \infty$ . В этих условиях наблюдаются регулярные (рис. 3а) и хаотические (рис. 3b–d) структуры соответственно. Введем сопротивление  $R_L$  между металлическим слоем и землей. Тогда формирование доменной структуры должно определяться соотношением  $R_L$  и  $R_{\text{DW}}$ , т.е. можно ожидать влияния величины  $R_L$  на характеристики записи. Следуя этому рассуждению, запись доменов проводилась при введении между металлическим слоем и землей варьруемых резисторов  $R_L$ . Формирование доменов при прочих равных условиях оказалось критично зависящим от величины  $R_L$ . Вплоть до некоторого  $R_L = R_{\text{crit}}$  сформировавшийся доменный паттерн практически идентичен паттерну, наблюдаемому при  $R_L = 0$  (рис. 3а). При  $R_L > R_{\text{crit}}$  для записи устойчивой структуры с теми же характеристиками требовалось увеличение  $t_p$  не менее, чем на порядок, по сравнению с  $t_p$  при  $0 \leq R_L \leq R_{\text{crit}}$ . В рамках проведенного рассуждения это пороговое изменение  $t_p$  происходит при  $R_L = R_{\text{crit}} \approx R_{\text{DW}}$ . Сравнивая результаты AFM записи доменов при различных  $R_L$  ( $U_{\text{tip}} = \text{const}$ ), нахо-

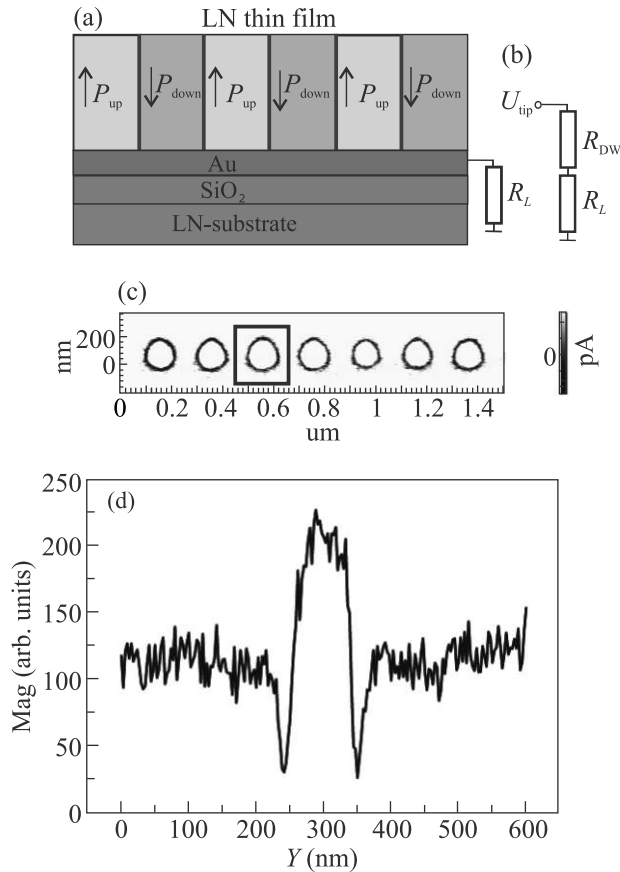


Рис. 4. (Цветной онлайн) Схематическое представление AFM записи домена в LNOI. (a) – схема LNOI с записанными доменами в проекции на неполярную плоскость;  $P_{up}$  и  $P_{down}$  – исходная и обращенная  $P_s$ , соответственно; вертикальные полосы – доменные стенки; горизонтальные синяя и серая полосы – слои Au и  $SiO_2$ , соответственно;  $R_L$  – нагрузочное сопротивление. (b) – Эквивалентная схема записи домена с нагрузочным сопротивлением  $R_L$ ;  $R_{DW}$  – сопротивление доменных стенок. (c) – Амплитудное PFM изображение доменной цепочки на  $Z$  поверхности. (d) – Продольный скан фрагмента доменной цепочки, выделенного квадратом на рис. 4с

дим  $R_{crit}$  и тем самым  $R_{DW}$ . Ниже (рис. 4) приведен пример оценки  $R_{DW}$ , выполненной на основании этого подхода.

Пошаговым перемещением зонда AFM был записан ряд доменов, амплитудное PFM изображение которого в проекции на плоскость (001) представлено на рис. 4с. Толщина пленки LN 500 нм; запись проводилась при  $U_{tip} = 27$  В,  $t_p = 500$  мс; заданное расстояние между точками записи  $\Lambda = 100$  нм; радиус зонда AFM  $r \leq 10$  нм. Сначала была выполнена запись доменного паттерна при  $R_L = 0$  (“опорная” структура). Затем та же структура записывалась с

$R_L \neq 0$ ; при каждой последующей записи величина  $R_L$  повышалась на порядок. При  $R_L \leq 10^9$  Ом записанные структуры практически идентичны опорной. При  $R_L = 10^{10}$  Ом время  $t_p$ , необходимое для записи доменного ряда с теми же характеристиками, увеличилось более, чем на порядок. В контексте проведенного рассуждения этот скачок происходит при  $R_L > R_{DW}$ . Таким образом, в доменном ряду, показанном на рис. 4,  $R_{DW} \approx R_L = 10^9$  Ом (с точностью до порядка). Из величины  $R_{DW}$  делается оценка проводимости доменных стенок  $\sigma_{DW}$ .

При расчетах доменов, записанных AFM, рассматривается как цилиндр с диаметром  $d$ ;  $R_{DW} \ll R_{LN}$  (где  $R_{LN}$  – сопротивление кристалла  $LiNbO_3$ ). Сопротивление домена может быть представлено, как сопротивление полой трубки диаметром  $d$  с толщиной стенки  $w$ ; поскольку домен прорастает через толщину пленки, замыкаясь на металлический слой, длина трубки равна толщине пленки  $L$ . Тогда сопротивление доменных стенок

$$R_{DW} = \rho_{DW} \left( \frac{L}{\pi Dw} \right) \equiv \frac{1}{\sigma_{DW}} \left( \frac{L}{\pi Dw} \right). \quad (3)$$

AFM измерения в доменной структуре, показанной на рис. 4с, d, проведенные с использованием зонда с  $r \leq 10$  нм, определили толщину DW  $w \approx 20$  нм. Эта величина согласуется с литературными данными, суммированными в [7], согласно которым в доменных структурах, записанных AFM в различных материалах,  $w \approx 10$  нм. Напомним, что домены коалесцируют при расстоянии между DW  $l = 20-30$  нм  $\approx 2w$ .

Подставляя в (3) величины  $R_{crit} = 10^9$  Ом,  $L = 500$  нм,  $d = 100$  нм,  $w = 20$  нм, получаем  $\sigma_{DW} = 8 \cdot 10^{-4}$  (Ом · см) $^{-1}$ . Расчет  $\sigma_{DW}$  из величины  $R_{DW}$ , выполненный на основании альтернативного подхода [7], привел практически к той же  $\sigma_{DW} = 7 \cdot 10^{-4}$  (Ом · см) $^{-1}$ .

Итак, в обсуждаемой доменной структуре, записанной полем зонда AFM в пленке LN, величина DWC не менее, чем на 12 порядков превышает объемную проводимость  $LiNbO_3$ .

Следуя [7], выполнен расчет угла наклона доменных стенок  $\theta$ , определяющего полученную величину  $\sigma_{DW}$ . Проводимость  $\sigma = ne\mu$ , где  $n$  и  $\mu$  – концентрация и подвижность экранирующих электронов,  $e$  – заряд электрона. Подставляя  $\sigma_{DW} \approx 8 \cdot 10^{-4}$  (Ом · см) $^{-1}$  в это выражение и принимая  $\mu \leq 10^{-2}$  см $^2$ /Вс, получаем  $n \geq 0.6 \cdot 10^{16}$  см $^{-3}$ . Угол  $\theta$ , обеспечивающий этот заряд экранирования, рассчитывается, исходя из условия  $n\mu w = 2P_s \sin \theta$ . Для  $n \geq 0.6 \cdot 10^{16}$  см $^{-3}$ ,  $w = 20$  нм и  $P_s = 70$  мКл · см $^{-2}$  получаем  $\theta \approx (7 \cdot 10^{-3})^0$ . Аргументированность этой

оценки косвенно подтверждается результатами работы [7], лежащей в основе расчета, поскольку в этой работе угол  $\theta \approx 1^\circ$  был задан экспериментально.

Подчеркнем, что в обсуждаемом нами случае угол наклона доменных стенок не связан с каким-либо внешним воздействием. Он определяется механизмом фронтального роста домена в поле зонда AFM; именно этим объясняется малость  $\theta$ . В этом заключается отличие полученного здесь результата от результатов сходных работ, направленных на повышение DWC путем увеличения  $\theta$  с помощью различных способов.

**Электронно-лучевая запись доменов в оптических волноводах.** В этом разделе изложены результаты EB записи доменных структур в оптических волноводах  $\text{He}^+:\text{LiNbO}_3$  и  $\text{Ti}:\text{LiNbO}_3$ , сформированных на неполярных  $X$ - и  $Y$ -поверхностях  $\text{LiNbO}_3$  соответственно [16–20]. При исследованиях EB записи доменов на неполярной ( $Y$ -) поверхности кристаллов  $\text{LiNbO}_3$  [23–29] были выявлены следующие закономерности. Глубина нуклеации домена  $T_d$  в точке облучения определяется равновесной длиной пробега  $R_e$  первичных электронов, зависимость которой от ускоряющего напряжения  $U$  для  $\text{LiNbO}_3$  конгруэнтного состава с удовлетворительным приближением описывается степенной функцией

$$T_d \cong R_e = \frac{78.9U^{1.7}}{\rho}, \quad (4)$$

(где  $\rho = 4.65 \text{ г/см}^3$  – плотность  $\text{LiNbO}_3$ ). Эта зависимость позволяет задать глубину  $T_d$  зарождения доменов в точке облучения путем варьирования  $U$ . В таблице 1 представлены величины  $T_d$  для используемого интервала ускоряющих напряжений.

Длина  $L_d$  домена вдоль оси  $Z$  растет линейно с временем облучения  $t_{\text{irr}}$  как результат фронтального роста по закону типа вязкого трения

$$L_d = v_f t_{\text{irr}} \sim \mu E t_{\text{irr}}, \quad (5)$$

где  $v_f$  и  $\mu$  – скорость фронтального роста и подвижность доменной стенки соответственно.

**Таблица 1.** Глубина нуклеации доменов  $T_d$ , при EB записи в зависимости от ускоряющего напряжения

$U$ , кВ	5	7	10	15	20	25
$T_d$ , мкм	0.26	0.46	0.85	1.7	2.8	4.0

Спецификой записи 1D и 2D структур является увеличение длины доменов  $L_d$  по сравнению с  $L_d$  одиночных доменов, записанных при тех же условиях экспозиции. Эффект был объяснен [23] аддитив-

ностью электрических полей, индуцированных облучением в близко расположенных точках. Аддитивность обусловлена высоким сопротивлением  $\text{LiNbO}_3$  ( $\rho \geq 10^{14}–10^{16} \text{ Ом} \cdot \text{см}$ ) и, соответственно, большим временем диэлектрической релаксации  $\tau_M = \varepsilon \varepsilon_0 / \rho 10^4–10^6 \text{ с}$ , значительно превышающим время записи решетки  $\tau_{\text{rec}} \ll \tau_M$ . Благодаря этому за время  $\tau_{\text{rec}}$  решетка формируется в суммарном поле

$$\mathbf{E} = \sum_{i=1}^n \mathbf{E}_i, \quad (6)$$

где  $n$  – число облученных точек в облучаемом массиве.

Ниже результаты EB записи доменов в волноводах  $\text{He}:\text{LiNbO}_3$  [18] и  $\text{Ti}:\text{LiNbO}_3$  [16, 17, 19, 20] обсуждаются в контексте изложенного подхода к описанию процессов в объемных кристаллах.

Волновод  $\text{He}:\text{LiNbO}_3$  изготовлен облучением  $X$ -поверхности  $\text{LiNbO}_3$  ионами  $\text{He}^+$  с энергией 450 кэВ. Расчет на основе программы SRIM дает эффективную толщину волновода  $H \approx 1.06 \text{ мкм}$ . Запись доменов проводилась ускоряющими напряжениями  $U = 5, 10, 15, \text{ и } 25 \text{ кВ}$ . На рисунке 5 представлены зависимости  $L_d$  от времени облучения в доменных ре-

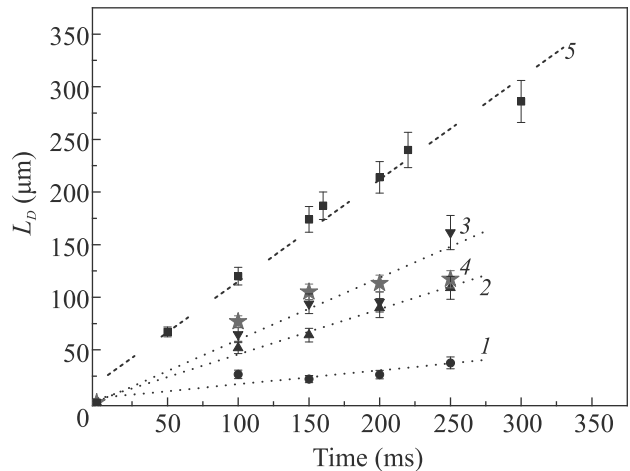


Рис. 5. (Цветной онлайн) Зависимость  $L_d$  от времени облучения в доменных решетках, записанных в  $\text{He}:\text{LiNbO}_3$ ; 1 и 2 –  $U = 5$  и  $10 \text{ кВ}$ , соответственно, звездочки –  $U = 25 \text{ кВ}$ ; квадратами показана  $L_d(t_{\text{irr}})$  в неимплантированном кристалле,  $U = 25 \text{ кВ}$

шетках, записанных в  $\text{He}:\text{LiNbO}_3$  при различных  $U$ . Рисунок 6 иллюстрирует PFM и SHG изображения записанных доменных решеток.

Наиболее регулярная структура наблюдается при записи  $U = 10 \text{ кВ}$ . Период решетки с точностью до 10% повторяет период, заданный EB сканированием;



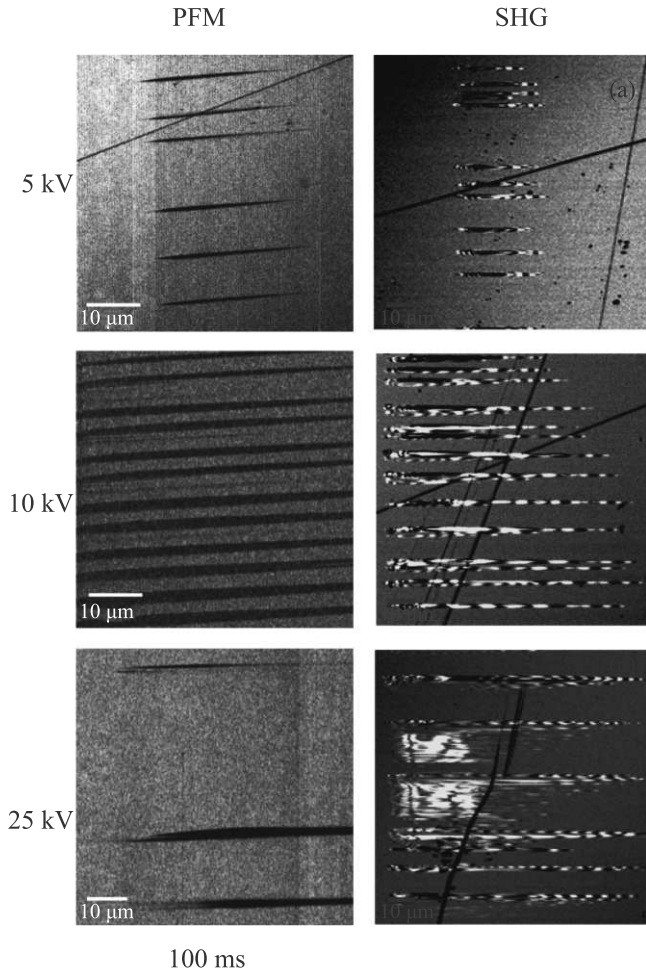


Рис. 6. (Цветной онлайн) PFM и SHG изображения (левый и правый столбцы, соответственно) доменных решеток, записанных ЕВ в He:LiNbO<sub>3</sub>. (a), (b), (c) – U = 5, 10 и 25 кВ соответственно (t<sub>irr</sub> = 150 мс)

зависимость  $L_d(t_{irr})$  линейна (рис. 5) и следует (5). Согласно таблице 1 для  $U = 10$  кВ глубина доменов  $T_d = 0.65$  мкм  $< D$ . Таким образом, в этом случае процессы зарождения и прорастания доменов происходят в пределах волноводного слоя. При  $U = 5$  кВ величина  $L_d \sim t_{irr}$ , но записанная структура нерегулярна, что может быть следствием характерной для кристалла LiNbO<sub>3</sub> повышенной проводимости поверхностного слоя. При  $U = 25$  кВ ( $T_d > D$ ) сценарий развивается в структурно нарушенной области; величина  $L_d$  (показанная звездочками на рис. 5) нерегулярна и не зависит от  $t_{irr}$ . Для иллюстрации процесса, ожидаемого при  $U = 25$  кВ в регулярной структуре, на рис. 5 показана линейная зависимость  $L_d(t_{irr})$  (квадраты), наблюдаемая в неимплантированном кристалле LiNbO<sub>3</sub>.

Таким образом, оптимальные характеристики нелинейного преобразования в волноводе He:LiNbO<sub>3</sub> достигаются путем подгонки величины  $T_d$ , контролируемой ускоряющим напряжением  $U$ , к эффективной толщине волновода  $D$ , заданной режимом имплантации.

Наиболее подробные исследования ЕВ записи доменов в волноводной геометрии были выполнены в планарных волноводах Ti:LiNbO<sub>3</sub> [16, 17, 19, 20, 24] на подложках Y-ориентации. Сразу необходимо упомянуть, что увеличение проводимости LiNbO<sub>3</sub> при легировании Ti препятствует возможности PFM визуализации доменных структур, записанных в Ti:LiNbO<sub>3</sub>.

В [20] была изучена зависимость эффективности преобразования в SH от соотношения глубины  $T_d$  записанной структуры и толщины волноводного слоя.

Измерения эффективных показателей преломления волноводных мод, расчеты в рамках ВКБ-приближения [35] и литературные данные [36] показали, что распределения концентрации титана  $C_{Ti}(y)$  (рис. 7) и приращения показателя преломления  $\Delta n_{LN}(y)$  по глубине волноводного слоя имеют профиль  $\exp(-y/h)$  с  $h = 1.75$  мкм.

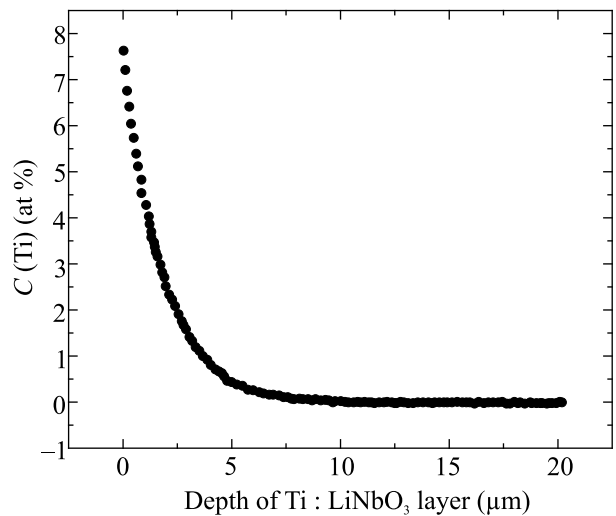


Рис. 7. Распределение концентрации Ti по глубине волноводного слоя в Ti:LiNbO<sub>3</sub>

Максимальная концентрация Ti достигала  $C_{mTi} = 1.43 \cdot 10^{21} \text{ см}^{-3} \approx 7.6 \text{ атм } \%$ , а максимумы изменения необыкновенного показателя преломления составляли  $\Delta n_{me} = 0.0166$  и  $0.0277$  для  $\lambda = 1053$  и  $526.5$  нм соответственно. Такие параметры Ti:LiNbO<sub>3</sub> позволяли возбуждать волноводные моды TE<sub>0</sub> и TE<sub>1</sub> на  $\lambda = 1053$  нм и TE<sub>0</sub>-TE<sub>2</sub> для SH (526.5 нм). Расчеты, проведенные с использованием

аналитического решения волнового уравнения для TE мод в волноводе с асимметричным экспоненциальным профилем [37], показали, что наибольшая эффективность SHG достигается при возбуждении накачки с  $\lambda_1 = 1053$  нм на моде TE<sub>0</sub>, для которой максимальная интенсивность локализована на глубине около 1.6 мкм. При этом возможно эффективное волноводное QPM преобразование первого порядка для процессов TE<sub>0</sub> → TE<sub>0</sub>, TE<sub>1</sub> и TE<sub>2</sub>. Для их реализации согласно (1), необходимо создание микродоменных структур с пространственными периодами  $\Lambda_{00} = 5.88$  мкм,  $\Lambda_{01} = 6.60$  мкм и  $\Lambda_{02} = 6.74$  мкм.

Решетки с периодом  $\Lambda = 6.50$  мкм, близким к оптимальному для процесса TE<sub>0</sub> → TE<sub>1</sub>, записывались при  $U = 7, 10, 15$  и  $25$  кВ, токе пучка  $I = 100$  пА, времени экспозиции  $t_e = 150$  мс и площади локальной области облучения  $S = 0.5$  мкм<sup>2</sup>. Решетки визуализировались методом микроскопии SHG в режиме на пропускание (Nd-YLF лазер 1053 нм) по методике [16]. Для исследования волноводной SHG использовалось возбуждение мод TE<sub>0</sub> и TE<sub>1</sub> на  $\lambda_1 = 1053$  нм. Эффект SHG фиксировался по наличию после исследуемой доменной структуры волноводного пучка  $\lambda_2 = 526.5$  нм.

На рисунке 8а представлены SHG изображения в пропускающей геометрии четырех записанных решеток; на рис. 8б – увеличенный фрагмент изображения решетки 2, сформированной при  $U = 10$  кВ. Изображение этого фрагмента свидетельствует о достаточной пространственной однородности и регулярности решетки, а также о соответствии ее периода заданной величине.

Типичная картина волноводной SHG при накачке пучком на моде TE<sub>0</sub> представлена на рис. 8с. Пучок накачки в первом положении распространялся через решетку 4, во втором – через решетку 3 и в третьем – последовательно через решетки 1 и 2 (см. рис. 8а), сформированные при  $U = 7$  и  $10$  кВ соответственно. Значительная апертура и высокая яркость волноводного пучка SH наблюдается в результате прохождения пучка накачки через структуру 2. Напротив, при прохождении через структуры 3 и 4 пучок SH не наблюдается, что свидетельствует о низкой эффективности волноводной SHG. Наблюдаемые при этом изображения структур 3 и 4 четко ограничены вдоль оси Z, поскольку визуализируются только для тех областей, через которые распространяется пучок накачки (ср. с рис. 8, а, где изображения вытянуты вдоль оси Z). Другими словами, решетки 3 и 4 располагаются ниже волноводного слоя и в волноводной геометрии не визуализируются.

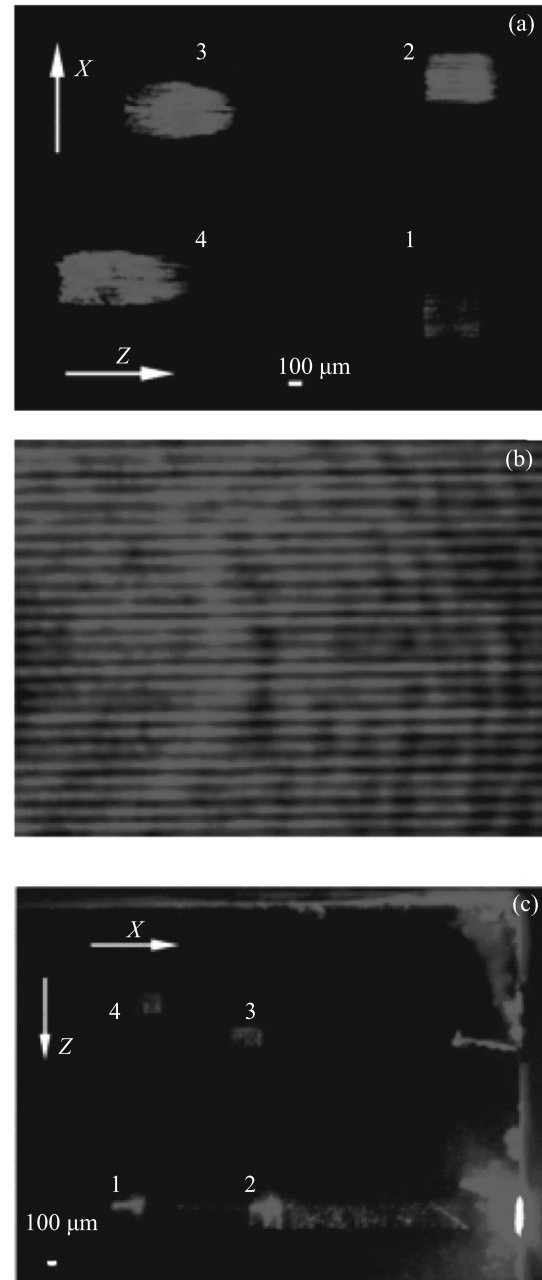


Рис. 8. (Цветной онлайн) (а) – SHG визуализация в пропускающей геометрии доменных решеток, записанных при  $U = 7, 10, 15$ , и  $25$  кВ (1, 2, 3 и 4, соответственно); (б) – фрагмент увеличенного SHG изображения структуры 2; (с) – SHG визуализация в волноводной геометрии доменных структур 1–4 и волноводных пучков  $\lambda_2 = 526.5$  нм, генерируемых на структурах 1 и 2, при возбуждении  $\lambda_1 = 1053$  нм на моде TE<sub>0</sub>; пучки накачки распространяются слева направо точно вдоль оси X (при  $\beta = 0^\circ$ )

Качество волноводной SHG, наблюдаемой на структуре 2, свидетельствует о близости параметров этой доменной решетки к оптимальным величинам для SHG преобразования. Количественные измерения эффективности  $\eta$  волноводного SHG преобразования показали, что при распространении пучка накачки точно вдоль оси  $X$  (при  $\beta = 0^\circ$ ) она принимает значение  $\eta_1 = 1.1 \cdot 10^{-10}$  1/W, в то время как для  $\beta = 7^\circ 50'$  наблюдалось ее увеличение до  $\eta_2 = 6.4 \cdot 10^{-9}$  1/W. Таким образом, режим EB записи решетки 2 при  $U = 10$  кВ обеспечил наилучшие характеристики волноводного SHG преобразования. Используемый период  $\Lambda = 6.5$  мкм позволяет реализовать точное выполнение условия QPM типа *eee* в исследуемом планарном волноводе  $\text{Ti}:\text{LiNbO}_3$  только при распространении пучка накачки под некоторым углом к оси  $X$ .

**Заключение.** В монокристаллических монодоменных пленках  $\text{LiNbO}_3$  толщиной 300–500 нм, формирующих волноводный сэндвич LNOI ( $\text{LiNbO}_3$ -on-insulator) полярной ( $Z$ ) ориентации, полем  $U_{\text{tip}}$  зонда AFM записаны 1D и 2D нанодоменные структуры заданной конфигурации и исследованы их свойства. Все записанные структуры устойчивы. На доменных стенках в структурах с диаметром доменов  $\approx 100$  нм, записанных  $U_{\text{tip}} = 50$  В, обнаружены стационарные токи  $\approx 100$  пА, обусловленные статической проводимостью  $\sigma_{\text{DW}}$  доменных стенок. Оценка  $\sigma_{\text{DW}}$  выполнена с помощью оригинального метода, основанного на исследованиях характеристик AFM записи доменов. Найденная величина  $\sigma_{\text{DW}} \approx 8 \cdot 10^{-4}$  (Ом  $\cdot$  см) $^{-1}$  не менее, чем на 12 порядков, превышает объемную проводимость  $\text{LiNbO}_3$ . Выполненный с большими допущениями расчет угла наклона  $\theta$  доменных стенок, определяющего эту величину  $\sigma_{\text{DW}}$ , дает  $\theta \approx (10^{-4})^0$ . Этот угол определяется механизмом фронтального роста домена под действием поля зонда.

В оптических планарных волноводах  $\text{He}^+ - \text{LiNbO}_3$  и  $\text{Ti} - \text{LiNbO}_3$ , сформированных на неполярных ( $X$  и  $Y$ ) поверхностях кристалла  $\text{LiNbO}_3$ , электронно-лучевым методом созданы устойчивые микродоменные структуры с заданными периодами. Исследовано нелинейное волноводное QPM преобразование излучения  $\lambda = 1063$  нм на записанных структурах. Оптимальные характеристики преобразования в SH достигаются при “подгонке” глубины  $T_d$  доменной структуры к глубине локализации светового поля взаимодействующих волноводных мод. Величина  $T_d$  задается ускоряющим напряжением  $U$  (при токе  $I = \text{const}$ ). В волноводе  $\text{Ti} - \text{LiNbO}_3$  максимальная эффективность  $\eta_2 = 6.4 \cdot 10^{-9}$  1/W волноводного QPM *eee* преобразования получена в доменной решетке с

$\Lambda = 6.5$  мкм, записанной  $U = 10$  кВ, при котором глубина локализации структуры  $D \approx 1.6$  мкм.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований по проектам 16-29-11777-офи\_м, 16-29-14046-офи\_м и 16-02-00439\_а, а также при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН в части исследования записанных структур в  $\text{He}^+ - \text{LiNbO}_3$  выполненных Т.Р. Волк, Р.В. Гайнутдиновым и Я.В. Боднарчук. Расчет данных экспозиционных зависимостей в волноводе  $\text{He}^+ - \text{LiNbO}_3$  был выполнен Я.В. Боднарчук в рамках гранта Президента # МК-1675.2021.1.2. Анализ эффективности волноводной геометрии SHG в планарном волноводе с экспоненциальным профилем показателя преломления, проведенный С.М. Шандаровым, поддержан в рамках Госзадания Министерства науки и высшего образования на 2020-2022 годы (задание FEWM-2020-0038/3).

1. B. M. Vul, G. M. Guro, and I. I. Ivanchik, *Ferroelectrics* **6**, 29 (1973).
2. A. Aird and E. K. H. Salje, *J. Phys.: Condens. Matter* **10**, L377 (1998).
3. J. Seidel, L. W. Martin, Q. He et al. (Collaboration), *Nature Mater.* **8**, 229 (2009).
4. G. Catalan, J. Seidel, R. Ramesh, and J. F. Scott, *Rev. Mod. Phys.* **84**, 119 (2012).
5. P. S. Bednyakov, B. I. Sturman, T. Sluka, A. K. Tagantsev, and P. V. Yudin, *npj Computational Materials* **4**, 65 (2018).
6. M. Rusing, P. O. Weigel, J. Zhao, and S. Mookhrjea, *IEEE Nanotechnology Magazine* **13**, 18 (2019).
7. C. S. Werner, S. J. Herr, K. Buse, B. Sturman, E. Soergel, C. Razzaghi, and I. Breunig, *Sci. Rep.* **7**, 9862 (2017).
8. B. Wolba, J. Seidel, C. Cazorla, C. Godau, A. Haußmann, and L. M. Eng, *Adv. Electron. Mater.* **4**, 1700242 (2018).
9. Н. Бломберген, *Нелинейная оптика*, Мир (1966), 424 с.
10. V. G. Zalessky and S. O. Fregatov, *Physica B* **371**, 158 (2006).
11. Т.Р. Волк, Р.В. Гайнутдинов, Я.В. Боднарчук, Л.И. Ивлева, *Письма ЖЭТФ* **97**, 554 (2013).
12. R. V. Gainutdinov, T. R. Volk, and H. Zhang, *Appl. Phys. Lett.* **107**, 162903 (2015).
13. T. R. Volk, R. V. Gainutdinov, and H. Zhang, *Appl. Phys. Lett.* **110**, 132905 (2017).
14. T. R. Volk, R. V. Gainutdinov, and H. Zhang, *Crystals* **7**, 137 (2017).
15. R. Gainutdinov and T. Volk, *Crystals* **10**, 1160 (2020).

16. Л. С. Коханчик, М. В. Бородин, С. М. Шандаров, Н. И. Буримов, В. В. Щербина, Т. Р. Волк, ФТТ **52**, 1602 (2010).
17. L. S. Kokhanchik, M. V. Borodin, N. I. Burimov, S. M. Shandarov, V. V. Shcherbina, and T. R. Volk, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Waveguide Applications **59**, 1076 (2012).
18. T. R. Volk, L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, Ya. V. Bodnarchuk, S. M. Shandarov, M. V. Borodin, S. D. Lavrov, H. L. Liu, and F. Chen, IEEE J. Light. Technol. **33**, 4761 (2015).
19. D. Lavrov, L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, A. S. Elshin, Ya. V. Bodnarchuk, E. D. Mishina, and T. R. Volk, Optical Materials **75**, 325 (2018).
20. S. M. Shandarov, L. S. Kokhanchik, T. R. Volk, E. N. Savchenkov, and M. V. Borodin, Quantum Electronics **48**, 761 (2018).
21. A. K. Tagantsev, L. E. Cross, and J. Fousek, *Domains in Ferroic Crystals and Thin Films*, Springer, N.Y. (2010).
22. A. L. Kholkin, S. V. Kalinin, A. Roelofs, and A. Gruverman, *Scanning Probe Microscopy. Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale*, Springer-Verlag, N.Y., USA (2007).
23. L. S. Kokhanchik and D. V. Punegov, Ferroelectrics **373**, 69 (2008).
24. L. S. Kokhanchik, M. V. Borodin, S. M. Shandarov, N. I. Burimov, V. V. Shcherbina, and T. R. Volk, Phys. Solid State **52**, 1722 (2010).
25. L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, E. D. Mishina, S. D. Lavrov, and T. R. Volk, Appl. Phys. Lett. **105**, 142901 (2014).
26. L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, S. D. Lavrov, E. D. Mishina, and T. R. Volk, Ferroelectrics **480**, 49 (2015).
27. L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, S. D. Lavrov, and T. R. Volk, J. Appl. Phys. **118**, 072001 (2015).
28. Л. С. Коханчик, Р. В. Гайнутдинов, Т. Р. Волк, ФТТ **57**, 937 (2015).
29. T. R. Volk, L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, Y. V. Bodnarchuk, and S. D. Lavrov, J. Adv. Dielect. **8**, 2 (2018).
30. S. Kurimura and Y. J. Uesu, Appl. Phys. Lett. **81**, 369 (1997).
31. J. Guyonnet, I. Gaponenko, S. Gariglio, and P. Paruch, Adv. Mater. **23**, 5377 (2011).
32. A. Ofan, M. Lilienblum, O. Gaathon, A. Sehrbrock, A. Hoffmann, S. Bakhru, H. Bakhru, S. Irsen, R. M. Osgood Jr., and E. Soergel, Nanotechnology **22**, 285309 (2011).
33. Y. Kan, H.-F. Bo, X.-M. Lu, T.-T. Xu, Y. M. Jin, X. Wu, F. Huang, and J. Zhu, Appl. Phys. Lett. **97**, 202903 (2010).
34. V. Ievlev, S. Jesse, A. N. Morozovska, E. Strelcov, E. A. Eliseev, Y. V. Pershin, A. Kumar, V. Ya. Shur, and S. V. Kalinin, Nat. Phys. **10**, 59 (2014).
35. В. А. Сычугов, И. Чтыроки, Квантовая электроника **9**, 634 (1982).
36. R. V. Schmidt and I. P. Kaminov, Appl. Phys. Lett. **25**, 458 (1974).
37. Т. Тамир, *Волноводная оптоэлектроника*, Мир, М. (1991).